



KERNFORSCHUNGSANLAGE JÜLICH
GESELLSCHAFT MIT BESCHRÄNKTER HAFTUNG

Institut für Festkörperforschung

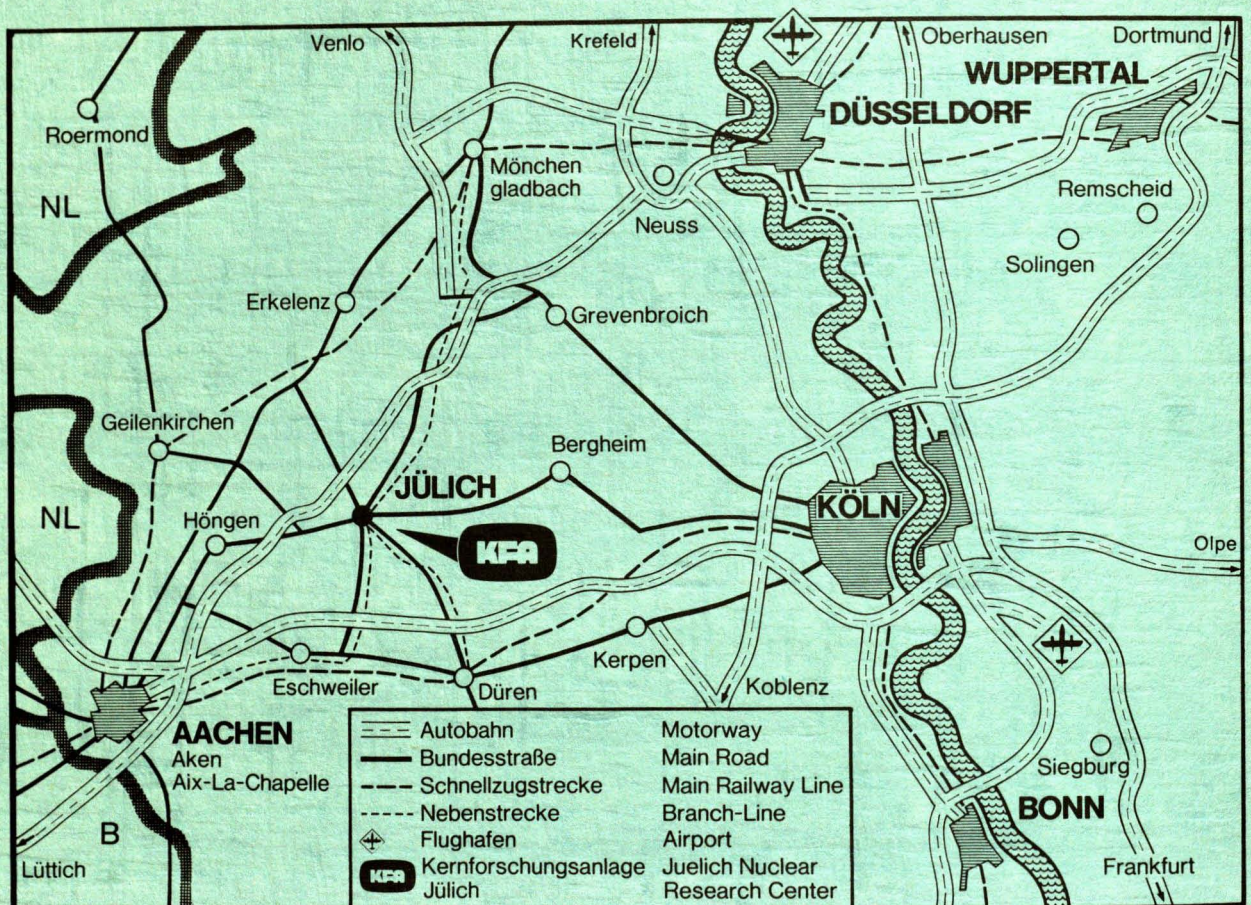
**Untersuchung von Blochwänden und
Domänen in Bariumferrit mit magnetischer
Kernspinresonanz**

von

A. Vélez-Gonzales

Jül - 1330
August 1976

Als Manuskript gedruckt



Berichte der Kernforschungsanlage Jülich - Nr. 1330
 Institut für Festkörperforschung Jül - 1330

Im Tausch zu beziehen durch: ZENTRALBIBLIOTHEK der Kernforschungsanlage Jülich GmbH,
 Jülich, Bundesrepublik Deutschland

Untersuchung von Blochwänden und Domänen in Bariumferrit mit magnetischer Kernspinresonanz

von

A. Vélez-Gonzales

Inhaltsverzeichnis

	Seite
1. Einleitung	1
2. Theorie zur magnetischen Kernresonanz	2
2.1 Felder in magnetischen Substanzen	2
2.2 Verstärkungsfaktoren in Domänen und Blochwänden. Die 180° Blochwand	5
3. Untersuchungsmethode	12
3.1 Eigenschaften von Bariumferrit	12
3.2 Probenpräparation	13
3.3 Apparatur	14
4. Darstellung der experimentellen Ergebnisse aus Domänen	19
4.1 Frequenzabhängigkeit von dem äußeren Feld	19
4.2 Verstärkungsfaktor in Domänen	28
5. Darstellung der Meßergebnisse aus Blochwänden	29
5.1 Diskussion von zwei Modellen für die 180° Bloch- wand	29
5.2 Darstellung und Diskussion der Meßergebnisse	33
6. Relaxationszeiten T_1 und T_2 in Domänen und Bloch- wänden	45
6.1 Relaxationszeiten T_1 und T_2 in Domänen	45
6.2 Relaxationszeiten T_1^W und T_2^W in Blochwänden	47
7. Zusammenfassung	54

Literaturverzeichnis

1. Einleitung

Es ist seit langem bekannt, daß in ferromagnetischen Substanzen das NMR-Signal hauptsächlich aus Kernen in Blochwänden und nicht in Domänen entsteht.¹ Das liegt daran, daß die Kopplung der Kerne mit dem anregenden Hochfrequenzfeld in Blochwänden viel stärker als in Domänen ist. In vielen Fällen ist das Hyperfeinfeld nicht isotrop, das gilt besonders für Materialien mit einer uniaxialen Symmetrie; dann gehören zu verschiedenen Magnetisierungsrichtungen in der Blochwand verschiedene Resonanzfrequenzen. Das bedeutet, daß man verschiedene Stellen in der Wand getrennt anregen kann. Dann bietet die NMR die Möglichkeit für die Untersuchung einiger charakteristischer Größen der magnetischen Materialien als Funktion der Stelle innerhalb der Blochwand. Unter diesen Größen sind besonders wichtig der Verstärkungsfaktor $\mathcal{M}$, die Spin-Spin- und Spin-Gitterrelaxationszeiten T_1 und T_2 . Der theoretische Verlauf dieser Größen ist u.a. von Winter² diskutiert worden. Das erste Experiment, um die Abhängigkeit des Verstärkungsfaktors innerhalb der Wand zu bestimmen, wurde von Cobb et al.³ an einem Einkristall von CrBr_3 durchgeführt. Es konnten aber nur die Signale aus Wandrand und aus Wandmitte beobachtet werden. In dieser Arbeit sind zum ersten Mal Meßergebnisse über den Verstärkungsfaktor und die Relaxationszeiten bezüglich ihrer Stelle bzw. Resonanzfrequenz innerhalb einer 180° Blochwand dargestellt. Für die Durchführung der Messungen wurde aus folgenden Gründen der Bariumferrit ($\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$) ausgewählt: 1. Der Bariumferrit besitzt uniaxiale Anisotropie mit einer leichten Richtung, d.h. es treten hauptsächlich 180° Blochwände auf. 2. Das Material ist nicht metallisch, diese Tatsache ermöglicht eine vollständige Durchdringung des anregenden Hochfrequenzfeldes. 3. Aus früheren Arbeiten u.a. von Streever⁴, Petrov und Kunevich^{5,6} sind die Resonanzfrequenzen und Linienbreiten der verschiedenen Untergitter gut bekannt. Streever hatte schon das Auftreten von fünf verschiedenen Linien in Bariumferrit festgestellt und den fünf verschiedenen Untergittern zugeordnet. Diese Linien sind in der Literatur als Linien "a", "b", "c", "d" und "e" bekannt und die Größe der entsprechenden Hyperfeinfelder beträgt bei 4.2 K zwischen 43 T und 56 T. Die Magnetisierung liegt für die Untergitter "a", "b" und "e" pa-

parallel zur Gesamtmagnetisierung, für "c" und "d" dagegen antiparallel. 4. Die Linien haben eine sehr unterschiedliche Anisotropie des Hyperfeinfeldes⁶; besonders ermöglicht die Linie "a" wegen ihrer großen Frequenzaufspaltung eine gute Auflösung des Signals.

Wir haben uns in dieser Arbeit auf die Linien "a" und "c" beschränkt, die die Grenzfälle großer und kleiner Anisotropie darstellen und eine große Intensität besitzen. Es wurden die Intensität, der Verstärkungsfaktor bei 4.2 K sowie T_1 und T_2 zwischen 1.3 und 4.2 K als Funktion der Frequenz gemessen. Für eine bessere Interpretation der Meßergebnisse aus Blochwänden wurden auch die entsprechenden Messungen in gesättigtem Zustand durchgeführt.

2. Theorie zur magnetischen Kernresonanz

2.1 Felder in magnetischen Substanzen

Die Kernresonanzfrequenz ist bestimmt durch das gyromagnetische Verhältnis γ des betroffenen Kernes und das am Kern wirkende lokale Feld B_L nach:

$$\nu = \frac{\gamma}{2\pi} B_L \quad \frac{\gamma}{2\pi} \text{ für } \text{Fe}^{57} = 1.38 \frac{\text{MHz}}{\text{T}} \quad (2.1)$$

In magnetisch geordneten Substanzen liefern folgende Beiträge das lokale Feld:

- a) das äußere Feld B_0
- b) das Feld, das durch die makroskopische Magnetisierung M der Probe entsteht. Dieses wird normalerweise aufgeteilt in das Entmagnetisierungsfeld B_D auf der Oberfläche, das Feld der Lorentzkugel B_{Lor} um das betrachtete Atom und das Dipolfeld innerhalb der Lorentzkugel. B_D wird bestimmt durch die Magnetisierung M der Probe und den Entmagnetisierungsfaktor N nach:

$$\vec{B}_D = -\mu_0 N \vec{M} \quad (2.2)$$

wobei μ_0 die Permeabilitätskonstante ist. Für die Messungen mit äußerem Feld B_0 verwenden wir eine zylinderförmige Probe, die quer magnetisiert ist. In diesem Fall gilt $N \simeq 0.5$. Das Lorentzfeld beträgt:

$$\vec{B}_{\text{lor}} = \frac{\mu_0}{3} \vec{M} \quad (2.3)$$

Das Feld der Dipole in der Lorentzkugel verschwindet bei kubischer Umgebung der betrachteten Atome. Es ist bei nicht kubischer Umgebung hauptsächlich für die Anisotropie des lokalen Feldes verantwortlich. Die Beziehung (2.2) gilt nur, wenn das äußere Feld B_0 genügend groß ist, um die Probe homogen zu magnetisieren. Wenn dagegen noch Blochwände vorhanden sind, so ist in Gl. (2.2) $\vec{M}$ durch die über alle Domänen gemittelte Magnetisierung $\langle M \rangle$ der Probe zu ersetzen, während für das Lorentzfeld (siehe Gl. (2.3)) die Magnetisierung M in den Domänen wirksam ist.

c) das Hyperfeinfeld B_{hf} , das durch die Hyperfeinwechselwirkung der Kerne mit der eigenen Elektronenhülle und mit den Elektronenhüllen der benachbarten Atome entsteht. Das Hyperfeinfeld ist im wesentlichen isotrop und antiparallel zur Magnetisierung der Hülle, wenn es sich im wesentlichen um Spin-Magnetismus handelt, wie bei den 3d-Ionen. Ein eventuell vorhandener anisotroper Beitrag wird als "Pseudo-Dipolfeld" zu dem Dipolfeld hinzugerechnet.

Der hexagonale Bariumferrit hat eine leichte Achse für die Magnetisierung; eine Anisotropie in der hexagonalen Ebene kann vernachlässigt werden. Um die Magnetisierung in die hexagonale Ebene zu drehen, wird ein äußeres Feld benötigt, das größer als das Anisotropiefeld $B_A = 1.7 \text{ T}$ (siehe Gl. (3.1)) ist. Bei Axialsymmetrie ist es üblich, die gesamte Anisotropie des lokalen Feldes zu beschreiben als $\Delta B \sin^2 \theta$, wobei θ der Winkel zwischen der Spin-Richtung und der leichten Achse ist. Dann ergibt sich für das lokale Feld

$$\vec{B}_L = \vec{B}_0 - \mu_0 N \langle \vec{M} \rangle + \frac{1}{3} \mu_0 \vec{M} + \vec{B}_{hf} + \Delta B \sin^2 \theta \quad (2.4)$$

Wenn $\vec{B}_0$ nicht längs der leichten Achse liegt, so sind nur $\vec{M}$, $\vec{B}_{hf}$ und ΔB parallel bzw. antiparallel, während die Richtung von $\vec{B}_0$ und $\langle \vec{M} \rangle$ verschieden sein kann, je nach der Größe der Kristallanisotropie und des äußeren Feldes B_0 .

Wenn das äußere Feld $B_0 = 0$ ist, sind im Material Domänen und Blochwände vorhanden. In diesem Zustand beträgt die mittlere Magnetisierung $\langle M \rangle = 0$, falls es keine Remanenz gibt. In den Domänen liegt die Magnetisierung in der leichten Richtung, d.h. $\theta \simeq 0$. Es gilt also für die Resonanzfrequenz in den Domänen

$$\nu_d = \frac{\gamma}{2\pi} \left| \vec{B}_{hf} + \frac{1}{3} \mu_0 \vec{M} \right| \quad (2.5)$$

In den Blochwänden dagegen dreht die Magnetisierung aus einer leichten Richtung in die andere, darum ist also θ eine Funktion von der Stelle in der Wand und für die Resonanzfrequenz ergibt sich:

$$\nu(\theta) = \nu_d + \delta\nu \sin^2 \theta \quad (2.6)$$

wobei $\delta\nu = \left(\gamma/2\pi \right) \Delta B$ die Frequenzaufspaltung ist, die durch die Anisotropie des lokalen Feldes entsteht. Petrov und Kunevich⁶ haben Messungen für die Bestimmung von $\delta\nu$ für die fünf verschiedenen Untergitter des Bariumferrits durchgeführt, aber das von ihnen verwendete Feld B_0 reichte nicht aus, um die Magnetisierung vollständig in die schwere Achse zu drehen. Deswegen werden wir diese Messungen für das Untergitter "a" im Bariumferrit wiederholen.

Die Gl. (2.5) und (2.6) gelten nur, wenn auch lokal in den einzelnen Domänen das Entmagnetisierungsfeld verschwindet. Das ist der Fall, wenn die Breite der Domänen sehr klein im Vergleich zu ihrer Ausdehnung in der leichten Richtung ist. Wenn das nicht der Fall ist, muß eine Verbreiterung des Domänensignals auftre-

ten gegenüber dem Signal in der homogenen magnetisierten Probe. Wie die Messungen im Kapitel 4. zeigen, ist die Breite des Domänensignals vom Magnetfeld unabhängig. Lokale entmagnetisierte Felder können also vernachlässigt werden.

2.2 Verstärkungsfaktoren in Domänen und Blochwänden.

Die 180° Blochwand

Bei magnetisch geordneten Materialien entsteht wegen der Kopplung der Elektronenhülle mit den Kernen eine Verstärkung des äußeren Hochfrequenzfeldes, mit dem das Kernsystem angeregt wird. Dieser Verstärkungsmechanismus wird durch den Verstärkungsfaktor γ beschrieben. Die Abb. (2.1) zeigt schematisch den Prozeß für die

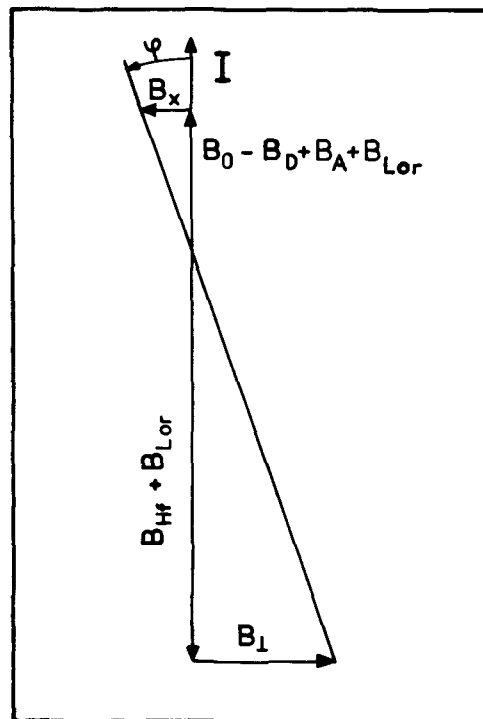


Abb. 2.1 Domänenverstärkungsfaktor.

Entstehung des Verstärkungsmechanismus in den Domänen. $\vec{I}$ ist die Spinpolarisation für ein Untergitter, dessen Orientierung mit der leichten Achse C des Materials übereinstimmt wie z.B. das Unter-

gitter "a", $\vec{B}_{hf}$ ist das Hyperfeinfeld, das antiparallel zur Spinpolarisation liegt. $\vec{B}_A$ ist das Anisotropiefeld und $\vec{B}_0$ ist ein beliebiges äußeres Feld in Richtung der leichten Achse C. Das anregende HF-Feld $\vec{B}_x$ senkrecht zu $\vec{I}$ bewirkt eine Drehung der Spinpolarisation um den Winkel φ aus der Achse C. Da es aber eine Hyperfeinkopplung gibt, dreht sich entsprechend auch das Hyperfeinfeld $\vec{B}_{hf}$ um den Winkel φ aus der Achse C. Diese Drehung führt zu einer oszillierenden, zu $\vec{B}_{hf}$ senkrechten Komponente $B_{\perp}$, die die Kernübergänge erzeugt. Für den Verstärkungsfaktor ergibt sich also:

$$\eta_d = \frac{B_{\perp}}{B_x} = \frac{B_{hf} + B_{\text{lor}}}{B_0 - B_D + B_A + B_{\text{lor}}} \quad (2.7)$$

Für Bariumferrit ohne äußeres Feld erhält man aus Gl. (2.7) den Wert $\eta_d \simeq 28$.

Bei der Anregung der Kerne in Blochwänden wirkt ein anderer Mechanismus für den Verstärkungsfaktor. Für die Diskussion muß die Art und Weise der Drehung der Spins in der Wand erklärt werden. Betrachten wir eine 180° Blochwand. Für diesen Fall gibt es keine Normalkomponente der Magnetisierung, d.h. die Magnetisierungsrichtung ist senkrecht zur Wandnormale. In der einfachsten Spinanordnung, die man sich vorstellen kann, drehen die Spins gleichmäßig, d.h. der Winkel zwischen zwei benachbarten Spins bleibt konstant. Eine Darstellung dieser Anordnung ist in Abb. (2.2) gezeigt.

Dabei ist δ_w die Wanddicke. Z bezeichnet die Stelle der Spins in der Wand; $Z = 0$ entspricht der Wandmitte, d.h. die Stelle in der Wand, wo $\vec{I}$ senkrecht zur Magnetisierung in Domänen ist. Ein mehr realistisches Modell für die 180° Blochwand berücksichtigt Anisotropieenergie E_a und Austauschenergie E_{ex} . Die Austauschenergie pro Flächeneinheit läßt sich darstellen als:

$$E_{ex} = A \int_{-\infty}^{\infty} \left(\frac{\partial \theta}{\partial z} \right)^2 dz \quad (2.8)$$

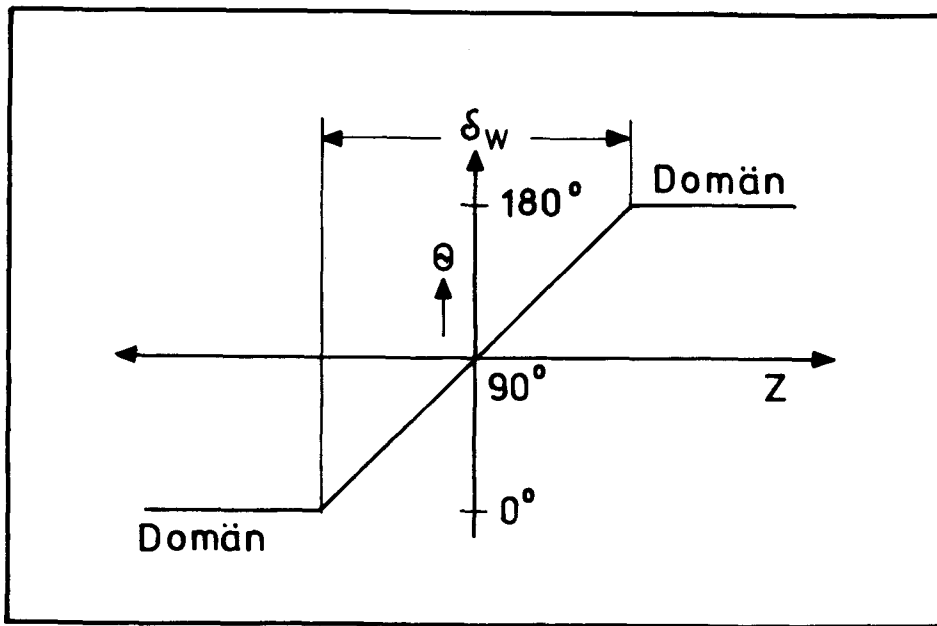


Abb. 2.2 Magnetisierungsrichtung innerhalb einer 180° Blochwand bei gleichmäßiger Spindrehung (Wandmodell A).

mit dem Koeffizienten $A = JS^2/a$, wobei J das Austauschintegral ist, S die Spinquantenzahl und a der Abstand zwischen zwei Spins.

Die Anisotropieenergie der Wand pro Flächeneinheit beträgt:

$$E_a = \int_{-\infty}^{\infty} g(\theta) d\theta \quad (2.9)$$

Die Abhängigkeit $g(\theta)$ der Anisotropieenergie von der Orientierung läßt sich für einachsige Anisotropie wie bei Bariumferrit darstellen als:

$$g(\theta) = K \sin^2 \theta \quad (2.10)$$

Die Minimalisierung der Gesamtenergie ergibt dann für die 180° Wand

$$g(\theta) = K \sin^2 \theta = A \left(\frac{\partial \theta}{\partial z} \right)^2 \quad (2.11)$$

oder

$$\frac{\partial \theta}{\partial z} = \left(\frac{k}{A}\right)^{1/2} \sin \theta \quad (2.12)$$

Aus der letzten Gleichung folgt:

$$z = \left(\frac{A}{k}\right)^{1/2} \ln \tan\left(\frac{\theta}{2}\right) \quad (2.13)$$

Der Verlauf von θ als Funktion von z ist in Abb. (2.3a) dargestellt. Die maximale Steigung $\left.\frac{\partial \theta}{\partial z}\right|_{\max} = (k/A)^{1/2}$ tritt also in der Wandmitte auf, wo die Anisotropieenergie am größten ist. Als Wanddicke wird definiert

$$\delta_w = \pi \left(\frac{A}{k}\right)^{1/2} \quad (2.14)$$

Zur Diskussion des Wandverstärkungsfaktors η_w betrachten wir jetzt ein Hochfrequenzfeld $\mu_0 H_y e^{i\omega t}$, das parallel zur leichten Achse wirkt. Dieses verschiebt die ganze Wand mit der Frequenz ω hin und her. Diese Verschiebung erzeugt eine Hin- und Her-Drehung der Magnetisierung um den Winkel $\Delta\theta$, entsprechend oszilliert auch das Hyperfeinfeld und liefert am Ort des Kernes die Hochfrequenzkomponente, die die Kernspinübergänge verursacht. Diese transversale Hochfrequenzkomponente beträgt $B_{hf}\Delta\theta$ und ist erheblich größer als das von außen angelegte Hochfrequenzfeld. D.h. wie im Fall von Domänen ist hier ein Verstärkungsfaktor η_w zu erwarten

$$\eta_w = \frac{B_{hf} \Delta\theta}{\mu_0 \Delta H_y} \quad (2.15)$$

Eine Wandverschiebung Δz bewirkt unterschiedliche Drehungen der Spins an den verschiedenen Stellen in der Wand, deshalb läßt sich Gl. (2.15) auf folgende Weise schreiben

$$\eta_w = \frac{B_{hf}}{\mu_0} \frac{\partial \theta}{\partial z} \frac{\partial z}{\partial H_y} \quad (2.16)$$

Das bedeutet, daß η_w von z abhängen kann; je schneller die Drehung der Magnetisierung an einer bestimmten Stelle in der Wand ist, desto größer wird dort der entsprechende Wert von η_w . Für das Wandmodell A bleibt $\frac{\partial \theta}{\partial z}$ konstant. Im folgenden ändert sich der Verstärkungsfaktor innerhalb der Wand nicht. Für das Wand-

Modell B (siehe Abb. (2.3)) läßt sich aus Gl. (2.12) und Gl. (2.16) folgende Beziehung aufstellen

$$\eta_w = \frac{B_{HF}}{\mu_0} \frac{dz}{dH_y} \left(\frac{K}{A} \right)^{\frac{1}{2}} \sin \theta \quad (2.17)$$

Mit Hilfe der Gl. (2.13) ergibt sich der Verlauf des Verstärkungsfaktors η_w und der Resonanzfrequenz ν (siehe Gl. (2.6)) als Funktion von z . Solche Abhängigkeiten sind in Abb. (2.3b) und Abb. (2.3c) dargestellt. Man sieht, daß der maximale Verstärkungsfaktor in der Wandmitte auftritt. Setzt man Gl. (2.6) in Gl. (2.17), so erhält man die Frequenzabhängigkeit des Verstärkungsfaktors innerhalb der Wand

$$\eta_w(\nu) = \eta_0 \left(\frac{\nu - \nu_d}{\delta \nu} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.18)$$

wobei der maximale Verstärkungsfaktor η_0 beträgt:

$$\eta_0 = \frac{B_{HF}}{\mu_0} \frac{dz}{dH_y} \left(\frac{K}{A} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (2.19)$$

Für eine allgemeine Darstellung wird die Frequenz ν in Einheiten der Frequenzaufspaltung $\delta \nu$ normiert.

$$X = \frac{\nu - \nu_d}{\delta \nu} \quad (2.20)$$

Aus Gl. (2.20) folgt für die Frequenzen der Domänen und der Wandmitte

$$\begin{aligned} x = 0 & \quad \text{für} \quad \nu = \nu_d \\ x = 1 & \quad \text{für} \quad \nu = \nu_L \end{aligned} \quad (2.21)$$

In dieser Frequenzeinheit wird η_w in Gl. (2.18)

$$\eta_w(x) = \eta_0 \sqrt{x} \quad (2.22)$$

Für die Berechnung von η_0 benötigt man die Größe der Wandverschiebung dz/dH_y bei gegebenem Feld H_y . Falls die Wände dem HF-Feld frei folgen können, ist dz/dH_y durch das Entmagnetisierungsfeld μ_{0NM} bestimmt.

$$\frac{dz}{\mu_0 d H_y} = \frac{d}{2 \mu_0 N M} \quad (2.23)$$

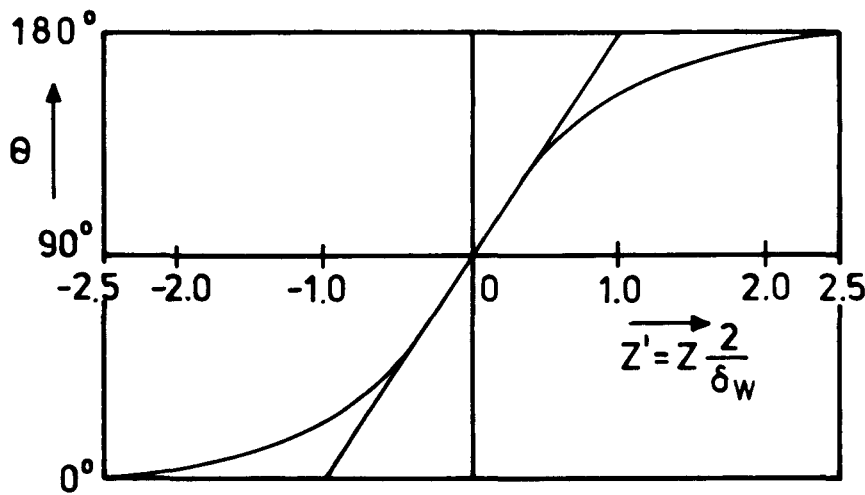
wobei d die Domänenenddicke ist.

Durch Einsetzen von Gl. (2.14) und Gl. (2.23) in Gl. (2.19) ergibt sich

$$\eta_0 = \frac{\pi B_{hf} d}{2 \mu_0 N M \delta_w} \quad (2.24)$$

In der hier verwendeten Probe für die Messung des Wandsignals beträgt $\mu_0 N M = 0.1 \text{ T}$ (siehe Kapitel 3.). Mit den Werten $B_{hf} = 50 \text{ T}$, $d = 10^{-4} \text{ cm}$, $\delta_w = 10^{-6} \text{ cm}^7$ erhält man also $\eta_0 = 8 \times 10^4$. Der größte Verstärkungsfaktor in der Wand ist also ungefähr 3000 mal größer als der Verstärkungsfaktor in Domänen.

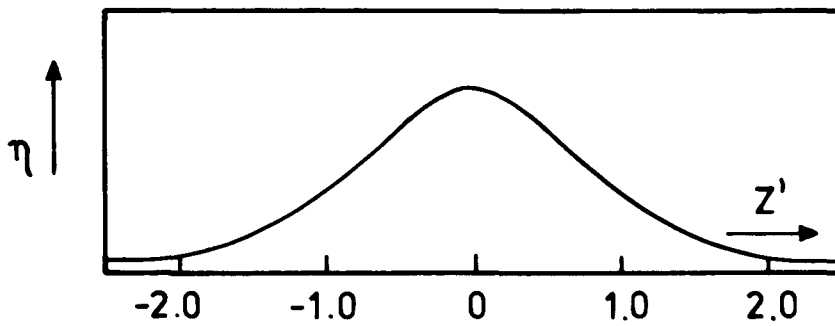
Magnetisierungsrichtung in einer 180° Blochwand



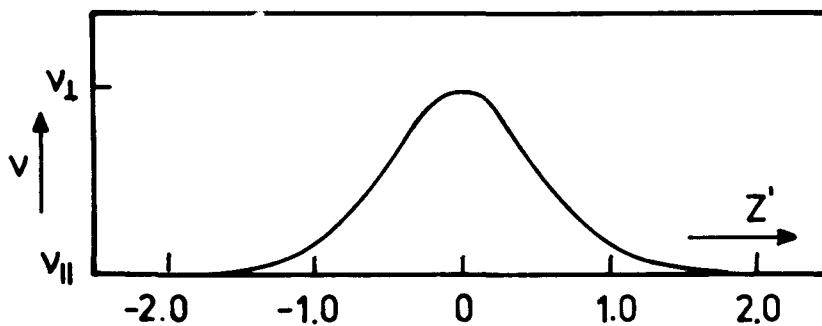
$$\frac{\partial \theta}{\partial z} = \sqrt{\frac{K}{A}} \sin \theta$$

$$\delta_w = \pi \sqrt{\frac{A}{K}}$$

(a)

Verstärkungsfaktor η 

(b)

Resonanzfrequenz ν 

(c)

Abb. 2.3 Magnetisierungsrichtung innerhalb einer 180° Blochwand bei gleichmäßiger Spindrehung (Wandmodell B).

3. Untersuchungsmethode

3.1 Eigenschaften von Bariumferrit

Der Bariumferrit, dessen Zusammensetzung durch die chemische Formel $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ dargestellt wird, besitzt eine hexagonale Struktur, die mit der Struktur des Mineralen Magnetoplumbit übereinstimmt.⁸ In dem Material treten fünf verschiedene Fe-Plätze auf: 1 Tetraeder-, 3 Oktaeder- und 1 Doppelpyramidalplatz, denen fünf verschiedene Werte des Hyperfeinfeldes entsprechen. In der Tabelle (3.1) sind diese Linien, die Gitterplätze, die sie besitzen mit der entsprechenden Besetzungszahl sowie die Richtung der Untergittermagnetisierung und die Werte des Hyperfeinfeldes bei 4.2 K dargestellt.

Linie	Platz	Ionen- zahl	Spin	B_{hf} [T]
a	Oktaeder	6	+	51.0
b	Oktaeder	1	+	55.1
c	Tetraeder	2	-	52.6
d	Oktaeder	2	-	55.5
e	Doppel- pyramidal	1	+	42.9

Tabelle 3.1

Dabei bedeutet das Zeichen + oder -, daß die Untergittermagnetisierung parallel bzw. antiparallel zur gesamten Magnetisierung liegt.

Die Vorzugsrichtung der Magnetisierung im Bariumferrit stimmt mit der hexagonalen Achse C überein, zur Beschreibung der Anisotropie reicht die Konstante K_1 . Diese Anisotropiekonstante entspricht einem Anisotropiefeld B_A , das durch die folgende Beziehung bestimmt ist:

$$B_A = \frac{2K_1}{M} \quad (3.1)$$

wobei M die Sättigungsmagnetisierung ist. In einem Einkristall aus Bariumferrit bei 4.2 K betragen die Größen in Gl. (3.1)

$$\begin{aligned}
 K_1 &= 4.5 \times 10^5 \text{ Ws/m}^3 \\
 \mu_0 M &\simeq 0.66 \text{ T} \\
 B_A &\simeq 1.7 \text{ T}
 \end{aligned}
 \tag{3.2}$$

3.2 Probenpräparation

Für die Beobachtung der Kernresonanz wäre die ideale Probe ein zylinderförmiger Einkristall mit der leichten Achse C parallel zur Zylinderachse für den Fall des Signals aus der Blochwand und mit der leichten Achse C senkrecht dazu für die Messungen des Domänensignals. Solche Einkristalle standen nicht zur Verfügung. Wir gingen daher von polykristallinem kornorientiertem Material aus, wie es normalerweise für permanente Magnete verwendet wird. Der Durchmesser der Kristallite betrug $3\mu\text{m}$. Wir haben das Ausgangsmaterial bei 1300°C während 56 Stunden in Luftatmosphäre rekristallisiert. Durch den Rekristallisationsvorgang wird die mittlere Orientierung der Kristallite verbessert.⁹ Für die rekristallisierte Probe ergab sich ein Koerzitivfeld von etwa 0.03 T. Dieser Wert ist viel kleiner als das Koerzitivfeld im nichtrekristallisierten Material, das ungefähr 0.2 T beträgt. Das beweist, daß in den großen Kristalliten die Wände nahezu frei beweglich sind. Die Abb. (3.1) zeigt eine Mikrophotographie einer geschliffenen Oberfläche eines aus dem Bariumferrit hergestellten Würfels nach der Rekristallisation. Die C-Achsen verlaufen parallel zur Abbildungsebene und ungefähr von oben nach unten. Der durchschnittliche Durchmesser der einzelnen Körner beträgt etwa $150\mu\text{m}$. Man erkennt, daß es einzelne Kristallite in der Probe gibt, deren leichte Achse C aus der Vorzugsrichtung verkippt ist. Aus der röntgenographischen Texturbestimmung ergibt sich aber, daß für die Mehrheit der Kristallite die Abweichung aus der Vorzugsrichtung weniger als 5° beträgt.^{x)}

^{x)} Ich danke Herrn Dr. V. Naundorf vom Institut für Metallkunde und Metallphysik der TH Aachen für die Durchführung der Texturbestimmung.

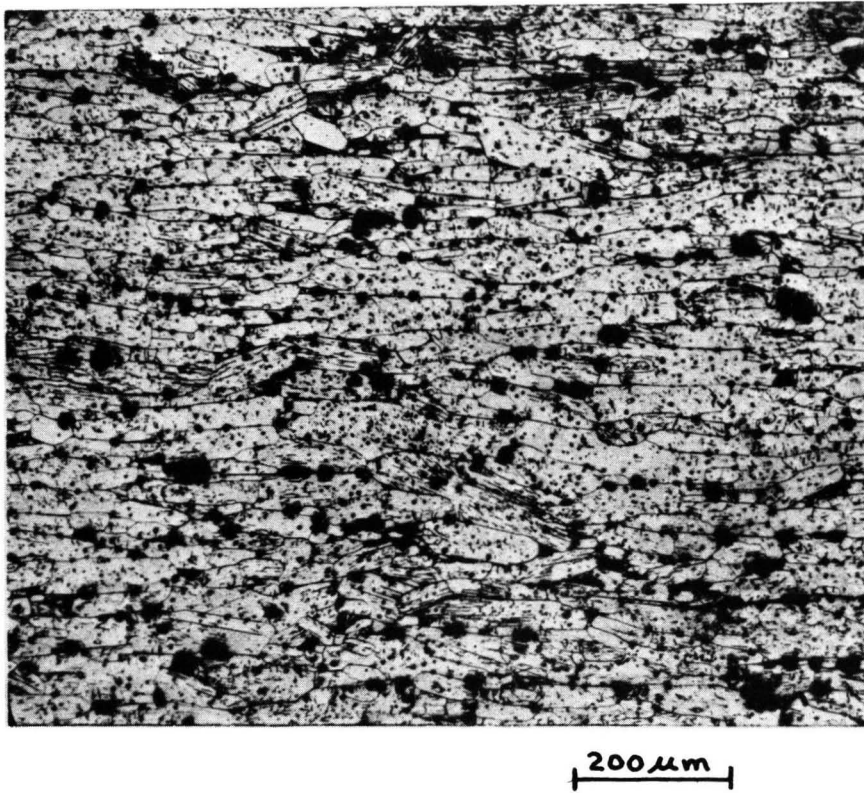


Abb. 3.1 Mikroaufnahme einer Probe aus $\text{BaFe}_{12}\text{O}_{19}$ nach der Rekristallisation.

Für die Messung des Domänensignals haben wir eine zylinderförmige Probe vorbereitet, deren leichte Achse C quer zu der Zylinderachse ist. Dann besitzt die Probe einen einheitlichen Entmagnetisierungsfaktor N in der Ebene senkrecht zur Zylinderachse und deshalb ist sie für die Messungen, wo eine Drehung der gesamten Magnetisierung stattfindet, geeignet. Die Probe ist 25 mm lang und 4 mm breit. Für das Blochwandsignal verwendeten wir eine quaderförmige Probe mit ihrer Achse C parallel zur längsten Kante, die 12 mm beträgt. Die Grundfläche ist quadratisch mit einer Kantenlänge von 4 mm.

3.3 Apparatur

Die meisten Kernresonanzuntersuchungen an Bariumferrit wurden bisher mit der kontinuierlichen (cw) Methode durchgeführt. Dabei wird direkt die Absorption oder Dispersion, die bei Resonanz auftritt, gemessen. Wir haben die Spin-Echo-Methode be-

nutzt, die die Vorteile bietet, daß die Anregungsbedingungen für die Messung des Verstärkungsfaktors optimal gemacht werden können und außerdem Messungen der Relaxationszeiten leicht möglich sind. Bei der Spin-Echo-Technik regt man die Probe mit zwei Hochfrequenzimpulsen der Impulsdauer τ_1 und τ_2 an. Die Hochfrequenzimpulse haben eine Feldstärke H_1 und eine Frequenz ω_0 . Nach der Zeit $2\tau_{12}$, wobei τ_{12} die Verzögerung zwischen erstem und zweitem Impuls ist, erscheint das Echo. Das Echo enthält die Information aus einem breiten Frequenzbereich um ω_0 . Durch Fouriertransformation erhält man die Intensität bei einer bestimmten Frequenz. Für die Messungen haben wir ein frequenzvariables Bruker-Spektrometer verwendet, das im Bereich von 4 bis 180 MHz arbeitet. Das Gerät besitzt zwei phasenempfindliche Gleichrichter, deren Referenzfrequenz um 90° verschoben ist. Auf diese Weise erhält man einen Real- und Imaginerteil des Signals, die nach der komplexen Fouriertransformation das Spektrum ergeben.¹⁰

Die Spule für das anregende HF-Feld wurde direkt auf die Probe gewickelt. Die Probe sitzt im Zentrum eines Supraleitungsmagneten, dessen Feld mit Resonanz von F^{19} geeicht wurde, in einem getrennten Kryostat. Die Anordnung bietet verschiedene Möglichkeiten für die Orientierung der Probe bezüglich des äußeren Feldes an. Wir haben in dem Temperaturbereich von 1.3 bis 4.2 K gearbeitet. Die Temperatur wurde aus dem Heliumdampfdruck bestimmt. Die Abb. (3.2) zeigt ein Blockschaltbild des Probenkopfes. Mit dem Kondensator C_1 im Kryostat kann der Resonanzkreis auf die verschiedenen Frequenzen abgestimmt werden. Zur Messung des Hochfrequenzfeldes wird die Spannung an den Widerstand R , der durch ein kleines Drahtstück gebildet wird, gemessen. Die Spannung wird über eine $50\ \Omega$ Leitung direkt am Oszillograph gemessen und liefert die Impulsdauer und Amplitude. Da die Größe des Widerstandes und auch die Spulengeometrie nicht genügend genau bekannt sind, wird der Zusammenhang zwischen der beobachteten Spannung und Feldstärke mit Protonenresonanz gemessen (siehe Gl. (3.6)). Das verwendete HF-Feld beträgt etwa 3×10^3 A/m für die Messung des Domänensignals und entsprechend 3×10^1 A/m für das Blochwandsignal.

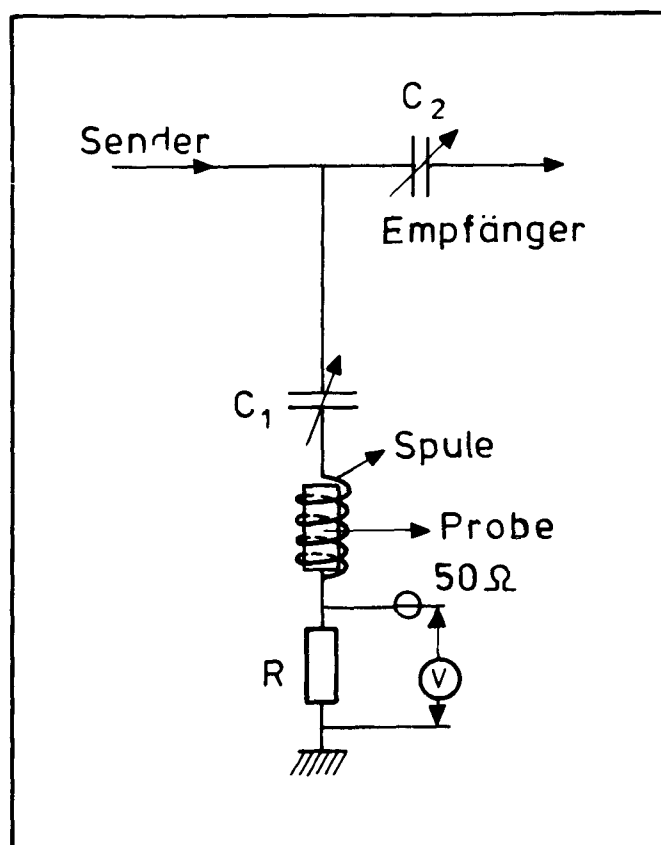


Abb. 3.2 Blockschaltbild des Probenkopfes mit der Anordnung für die Eichung des Hochfrequenzfeldes.

3.4 Auswerteverfahren

Im Grenzfall, daß die Breite des Spektrums klein gegen die Bandbreite des Spektrometers und der anregenden Impulse ist (etwa 200 KHz), liefert die Fouriertransformation direkt das gemessene Spektrum. In unserem Fall ist dagegen das Spektrum erheblich breiter. Dann ergibt sich nur für die Fourierkomponente bei der Frequenz ω_0 des anregenden Feldes eine einfache Beziehung zwischen der Intensität und der Feldstärke. Daher muß das Spektrum punktweise für jede Frequenz aufgenommen werden. Die Beziehung lautet:

$$J(\omega_0) \sim \eta \sin(\eta \gamma \mu_0 H_1 \tau_1) \sin^2(\eta \gamma \mu_0 H_1 \frac{\tau_2}{2}) \cdot e^{-\frac{2\tau_{12}}{\tau_2}} \quad (3.3)$$

Dabei ist T_2 die Spin-Spin-Relaxationszeit.

In unserem Experiment haben wir $\tau_2 = 2\tau_1 = 2\mu\text{s}$ verwendet.

Dann ergibt sich aus Gl. (3.3)

$$\mathcal{J}(\omega_0) \sim \gamma \sin^3(\gamma \mu_0 H_1 \tau_1) \cdot e^{-\frac{2\tau_1}{T_2}} \quad (3.4)$$

Wenn man $\mathcal{J}(\omega_0)$ als Funktion von H_1 bei festen anderen Parametern mißt, ergibt sich ein Maximum für $\mathcal{J}(\omega_0)$, wenn die folgende Beziehung gilt:

$$\gamma \mu_0 H_1 \tau_1 = \frac{\pi}{2} \quad (3.5)$$

Das bedeutet, daß man aus der Bedingung in Gl. (3.5) den Verstärkungsfaktor bestimmen kann, falls die Feldstärke H_1 in der Spule bekannt ist. Für die Eichung der Feldstärke H_1 ersetzt man die Probe durch ein diamagnetisches Material ($\mu = 1$) und mißt z.B. die Protonenresonanz bei derselben Frequenz ω_0 . In diesem Fall ist die Bedingung für maximale Spin-Echo-Intensität

$$\gamma_p \mu_0 H_1 \tau_1 = \frac{\pi}{2} \quad (3.6)$$

Aus der notwendigen Impulsdauer τ_1 ergibt sich denn H_1 . Auf diese Weise wurde die Hochfrequenzfeldstärke H_1 für verschiedene Werte der am Oszillographen gemessenen HF-Spannung direkt bestimmt.

Bei dieser Eichung wird der Einfluß der ferromagnetischen Probe auf das Hochfrequenzfeld nicht berücksichtigt. Der Vergleich der gemessenen Domänenverstärkungsfaktoren mit den berechneten zeigt, daß der gemessene Verstärkungsfaktor etwa 25 % kleiner als der berechnete ist (siehe Kapitel 4.). Das bedeutet, daß die Eichung einen um etwa 25 % zu großen Wert für H_1 ergibt.

Für die T_2 -Bestimmung mißt man die Abnahme der Spin-Echo-Intensität als Funktion der wachsenden Verzögerung τ_{12} zwischen den beiden Impulsen. Aus dem Abfall der erhaltenen Relaxationskurve kann man direkt T_2 bestimmen. Die Spingitterrelaxationszeit T_1 beschreibt die Erholung der Kernmagnetisierung, nachdem

diese durch einen Impuls aus dem Gleichgewichtswert gedreht ist. Dazu verwenden wir die üblichen 3-Impuls-Folgen mit den Dauern τ , τ , 2τ . Der 2. und 3. Impuls haben festen Abstand und erzeugen das Echo, während der 1. Impuls die z-Komponente der Magnetisierung stört. Mit wachsendem Abstand τ_{12} zwischen 1. und 2. Impuls wächst die Echointensität in dem Maße, wie die Magnetisierung den Gleichgewichtszustand erreicht. Es wurde jedesmal die Differenz des Signals mit und ohne 1. Impuls gemessen, die dann direkt den Relaxationsverlauf liefert.

4. Darstellung der experimentellen Ergebnisse aus Domänen

4.1 Frequenzabhängigkeit von dem äußeren Feld

Die Messungen wurden an der zylinderförmigen Probe bei 4.2 K in einer supraleitenden Spule durchgeführt. Die Probe wurde mit dem Hochfrequenzfeld parallel zur zylindrischen Achse angeregt, wobei die leichte Achse senkrecht zur Zylinderachse liegt. Unter diesen Bedingungen erhält man sowohl ein Signal aus Blochwänden als auch aus Domänen. Wegen der in diesem Fall sehr ungünstigen Anregung des Signals aus Blochwänden ist dieses Signal sehr schwach. Andererseits ist das zur Anregung eines Domänensignals notwendige HF-Feld ungefähr 100 mal größer als das entsprechende Feld im Fall von Blochwänden, entsprechend dem kleinen Verstärkungsfaktor für Domänen. Die Abb. (4.1) zeigt die Spektren des Untergitters "a" für $B_0 = 2.5$ T parallel und senkrecht zur leichten Achse C der Probe. Dabei wurde die Spin-Echo-Intensität für verschiedene Anregungsfrequenzen durch die Fouriertransformationsmethode gemessen. Für den Fall B_0 parallel zur Achse C ergibt sich eine scharfe Linie mit einer Halbwertsbreite von 200 KHz. Diese Linienbreite ist unabhängig von dem äußeren Feld und gilt auch für das Domänensignal im Nullfeld. Für B_0 senkrecht zur Achse C beobachtet man dagegen ein sehr breites Spektrum mit etwa gleicher Intensität im Bereich von 2 MHz. Wir betrachten zunächst den Fall B_0 parallel zur Achse C. Aus der Gl. (2.4) erhält man dann für die Resonanzfrequenz des Untergitters "i"

$$\nu^{(i)} = \frac{\gamma}{2\pi} \left[|B_{HF}| \mp (B_0 - \mu_0 N \langle M \rangle + \frac{1}{3} \mu_0 M) \right] \quad (4.1)$$

Mit dem - oder + Vorzeichen, je nachdem die Untergittermagnetisierung parallel oder antiparallel zur Gesamtmagnetisierung ist. Der Verlauf der Resonanzfrequenz mit dem Feld B_0 zerfällt in zwei Teile. Für $B_0 \leq \mu_0 N M$ wird das äußere Feld durch die Bildung von Domänen vollständig abgeschirmt, es gilt also:

$$\nu^{(i)} = \frac{\gamma}{2\pi} \left(|B_{HF}| \mp \frac{1}{3} \mu_0 M \right) = \nu_d^{(i)} \quad B_0 \leq B_{s||} \quad (4.2)$$

$B_{s||}$ ist das Sättigungsfeld in der leichten Richtung.

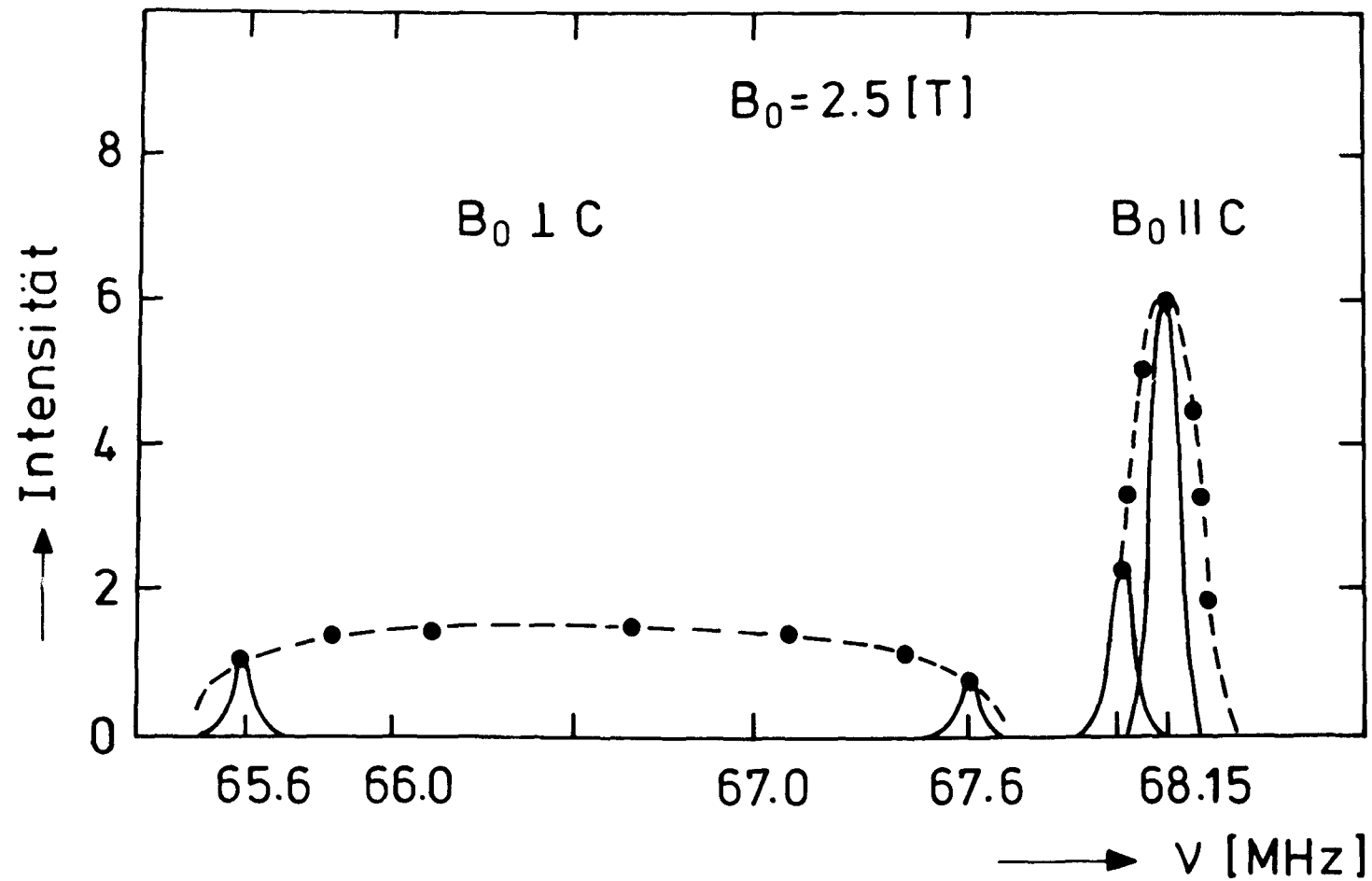


Abb. 4.1 Spektrum der Linie "a" für das äußere Feld $B_0 = 2.5$ T parallel und senkrecht zur leichten Achse C der Probe. Die durchgezogenen Kurven zeigen jedesmal die Fouriertransformierte für eine bestimmte Frequenz. Aus den Einhüllenden dieser Kurven ergibt sich das Spektrum.

Für $B_0 \gg B_{s||}$ wird dann:

$$\begin{aligned} \nu^{(4)} &= \nu_d^{(4)} + \frac{\gamma}{2\pi} (B_0 - \mu_0 N M) & B_0 \gg B_{s||} \\ &= \nu_0^{(4)} + \frac{\gamma}{2\pi} B_0 \end{aligned} \quad (4.3)$$

ν_0 hängt von der Probenform ab und ist die Frequenz, die ohne äußeres Feld infolge der entmagnetisierten Felder auftreten würde, wenn sich keine Domänen bilden würden. Die Frequenzabhängigkeit wurde bis zu einer Feldstärke von 2.5 T für die Untergitter "a" und "c" verfolgt. Die Ergebnisse sind in Abb. (4.2) dargestellt. Die beiden oberen Kurven zeigen Meßwerte für die Untergitter "a" und "c", wenn das äußere Feld B_0 parallel zur leichten Achse C der Probe liegt. Die untere Kurve stellt den theoretischen Verlauf⁺ für den Fall des äußeren Feldes senkrecht zur C-Achse und eine Frequenzaufspaltung $\delta\nu = 2.66$ MHz dar. Für $B_0 = 2.5$ T senkrecht zur C-Achse wurde Intensität im Bereich von 65.6 MHz bis 67.6 MHz gemessen (siehe Abb. (4.1)). Dieser Bereich ist durch einen Balken dargestellt. Die Kreise stellen die gemäß Gl. (4.14) (siehe Seite 27) berechnete Resonanzfrequenz für verschiedene Verkippungen θ_0 der Körner dar. Wir diskutieren zuerst die Ergebnisse für B_0 parallel zur leichten Achse C.

Für $B_0 < 0.33$ T bleibt die Resonanzfrequenz konstant, deshalb folgt:

$$B_{s||} = \mu_0 N M \approx 0.33 \text{ T} \quad (4.4)$$

wobei $\mu_0 M = 0.66$ T für Bariumferrit bei 4.2 K ist. Infolgedessen erhält man aus Gl. (4.4) $N \approx 0.5$ für den makroskopischen Entmagnetisierungsfaktor in Richtung senkrecht zur zylindrischen Achse. Aus dem Verhältnis zwischen den Achsen der Probe ist $N \approx 0.48$ berechnet worden. Für $B_0 > 0.33$ T sinkt bzw. steigt die Resonanzfrequenz der Untergitter "a" und "c" entsprechend der Richtung der Untergittermagnetisierung. Nach der Gl. (4.3) kann die Resonanzfrequenz für $B_0 \geq 0.5$ T mit einer Geraden gefittet werden. Die Abweichungen betragen weniger als 10 % der Linienbreite von 200 KHz. Die Ergebnisse des besten Fits sind in der Tabelle (4.1) gegeben.

⁺ Gemäß Gl. (4.11) und (4.12).

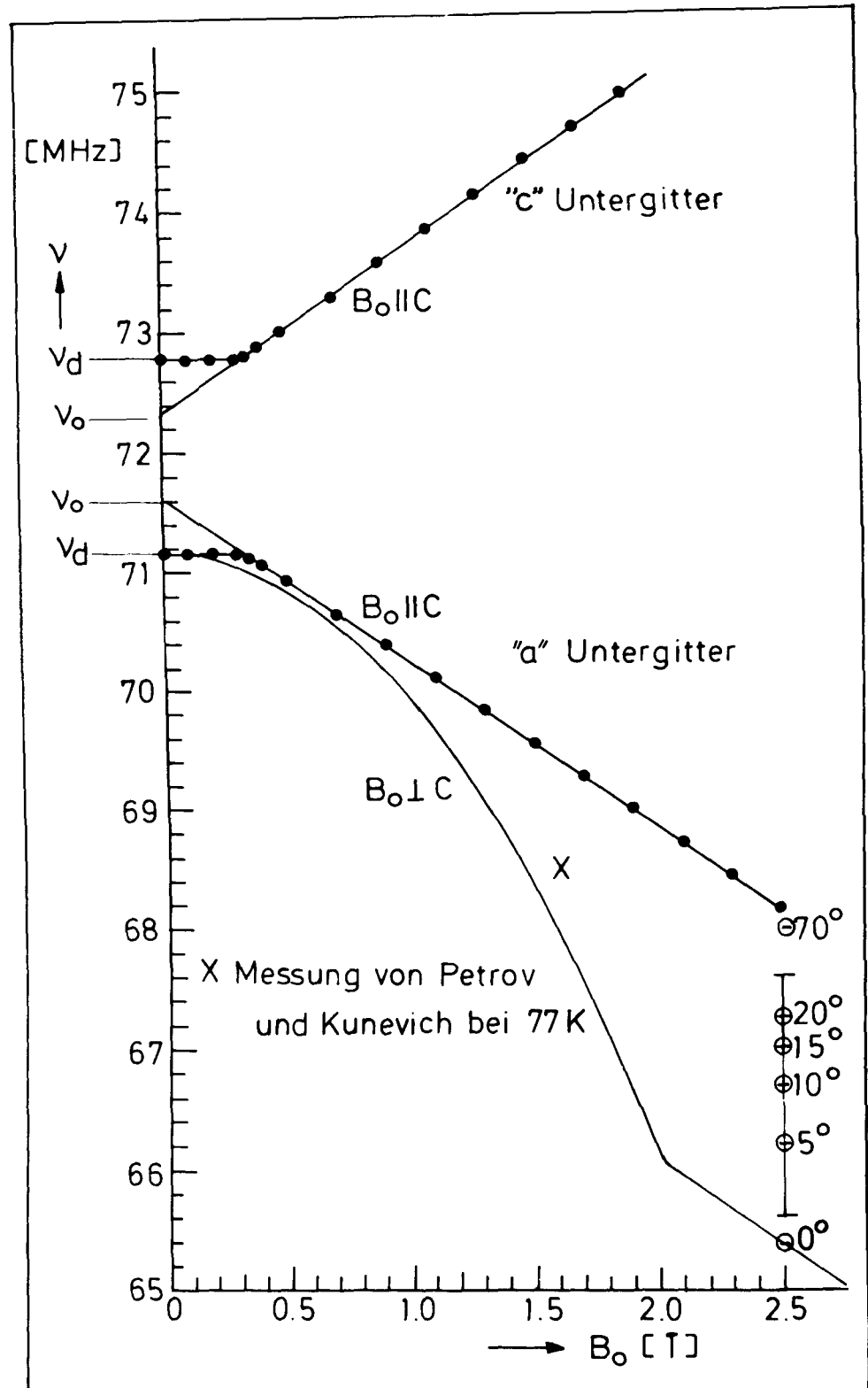


Abb. 4.2 Feldabhängigkeit der Resonanzfrequenz in Bariumferrit.

Linie	$\gamma/2\pi \left[10^4 \frac{\text{Hz}}{\text{T}} \right]$	$\nu_d \text{ [MHz]}$	$\nu_c \text{ [MHz]}$
"a"	138.01 ± 0.26	71.160 ± 0.01	71.608 ± 0.004
"c"	138.32 ± 0.42	72.780 ± 0.01	72.311 ± 0.005

Tabelle 4.1

Innerhalb der experimentellen Genauigkeit sind die γ -Werte für beide Untergitter identisch und stimmen mit dem weniger genauen Wert $\gamma/2\pi = (137.7 \pm 1.0) \times 10^4 \text{ Hz/T}$ von Fe^{57} , der mit Endor-Messung¹¹ bestimmt wurde, überein. Die hier dargestellten Messungen sind in Widerspruch zu den Ergebnissen von Petrov und Kunevich⁶. Sie fanden den erwarteten Wert $\gamma/2\pi = 137.7 \times 10^4 \text{ Hz/T}$ nur für die Untergitter "c" und "e", dagegen einen niedrigen Wert $\gamma/2\pi = 135 \times 10^4 \text{ Hz/T}$ für die Untergitter "a", "b" und "d". Aus diesen Messungen schlossen die Autoren, daß für die Linien "a", "b" und "d" die Untergittermagnetisierung nicht parallel zur Gesamtmagnetisierung liegt, sondern eine Abweichung von 10° aus der leichten Achse bildet. Unsere Messungen zeigen dagegen, daß die Magnetisierungsrichtung streng antiparallel ist. Die Fehlergrenze in Tabelle (4.1) erlaubt eine maximale Abweichung von höchstens 4° zwischen den Magnetisierungsrichtungen.

Jetzt wird hier der Fall für das äußere Feld B_0 senkrecht zur leichten Achse C behandelt. Unter dem Einfluß von B_0 wird die Magnetisierung in allen Domänen um den Winkel θ aus der leichten Achse C gedreht. Der Gleichgewichtszustand zwischen Anisotropieenergie und Feldenergie ergibt für θ :

$$\sin \theta = \frac{B_0 - \mu_0 N \langle M \rangle}{B_A} = \frac{B_0}{B_A + \mu_0 N M} \quad (4.5)$$

Dabei ist $\langle M \rangle = M \sin \theta$ die über alle Domänen gemittelte Magnetisierung in Richtung von B_0 , die das Entmagnetisierungsfeld erzeugt. Sättigung wird erreicht für $B_{s\perp} = B_A + \mu_0 N M$. Mit dem Wert für $\sin \theta$ läßt sich aus Gl. (2.4) das lokale Feld berechnen (siehe Abb. (4.3)).

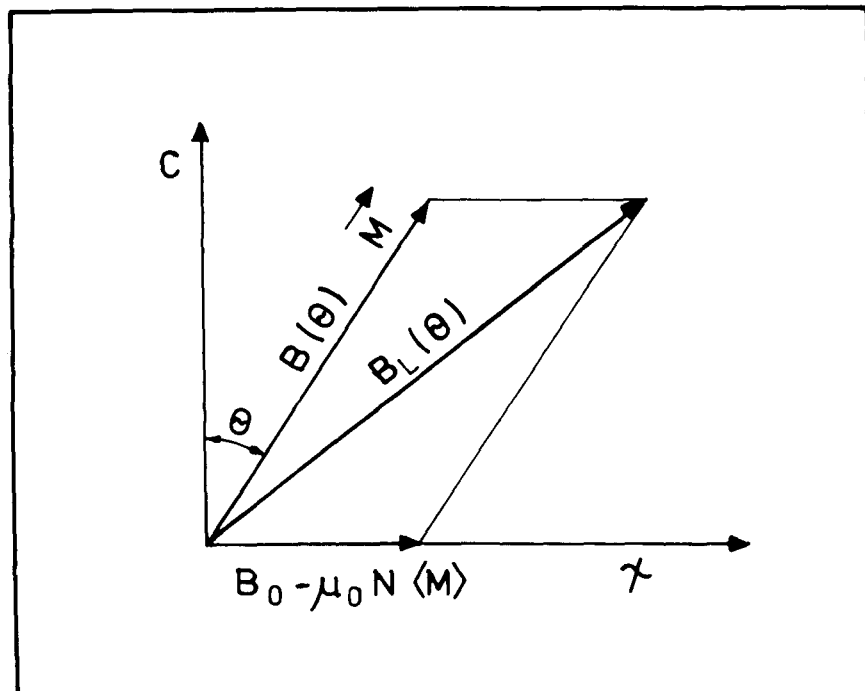


Abb. 4.3 Zur Entstehung des Gleichgewichtszustandes der Magnetisierung M in einem Drehprozeß, wenn das äußere Feld senkrecht zur leichten Achse C liegt.

In der Richtung von $\vec{M}$ in jeder einzelnen Domäne liegen der isotrope und anisotrope Feldbeitrag des Hyperfeinfeldes und das Lorentzfeld. Sie ergeben zusammen

$$|\vec{B}^{(1)}(\theta)| = |\vec{B}^{(1)}_{HF}| + \frac{1}{3} \mu_0 M + \Delta B \lambda \sin^2 \theta \quad (4.6)$$

In Richtung von $\vec{B}_0$ liegt dagegen das entmagnetisierende Feld. Dann folgt für den Betrag des lokalen Feldes:

$$|\vec{B}^{(1)}_L(\theta)| = |\vec{B}^{(1)}(\theta)| \left\{ 1 + \frac{(\vec{B}_0 - \mu_0 N \langle M \rangle)^2}{|\vec{B}^{(1)}(\theta)|^2} + 2 \frac{(\vec{B}_0 - \mu_0 N \langle M \rangle) \lambda \sin \theta}{|\vec{B}^{(1)}(\theta)|} \right\}^{1/2} \quad (4.7)$$

Aus der Entwicklung in Gl. (4.7) und Vernachlässigung des dritten Gliedes, das eine Änderung von höchstens 10^{-3} in der Resonanzfrequenz ausmacht, folgt:

$$\vec{B}^{(1)}_L(\theta) = \vec{B}^{(1)}(\theta) + (\vec{B}_0 - \mu_0 N \langle M \rangle) \lambda \sin \theta \quad (4.8)$$

Die entsprechende Resonanzfrequenz wird:

$$\nu_L^{(i)}(\theta) = \nu_d^{(i)}(\theta) + \frac{\gamma}{2\pi} \left[(B_0 - \mu_0 N \langle M \rangle) \sin \theta \right] \quad (4.9)$$

Aus Gl. (4.2), Gl. (4.5) und Gl. (4.6) ergibt sich:

$$\nu_L^{(i)}(\theta) = \nu_d^{(i)} + \delta\nu \left(\frac{B_0}{B_{s\perp}} \right)^2 \quad B_0 \leq B_{s\perp} \quad (4.10)$$

Durch Einsetzen von Gl. (4.10) und Gl. (4.5) in Gl. (4.9) erhält man:

$$\nu_L^{(i)}(\theta) = \nu_d^{(i)} + \left(\delta\nu + \frac{\gamma}{2\pi} B_A \right) \frac{B_0^2}{B_{s\perp}^2} \quad B_0 \leq B_{s\perp} \quad (4.11)$$

Für $B_0 > B_{s\perp}$ ist die Magnetisierung in die schwere Achse gedreht, d.h. $\theta = \pi/2$ und $\langle M \rangle = M$. Man erhält also aus Gl. (4.9) und Gl. (4.6)

$$\nu_L^{(i)}(\pi) = \nu_d^{(i)} + \delta\nu + \frac{\gamma}{2\pi} (B_0 - \mu_0 N M) \quad B_0 > B_{s\perp} \quad (4.12)$$

In Abb. (4.2) ist der Verlauf gemäß Gl. (4.11) und Gl. (4.12) für den speziellen Fall des Untergitters "a" dargestellt, wobei der Wert für $\delta\nu = -2.66$ MHz aus den Messungen des Blochwandsignals, die im nächsten Kapitel diskutiert sind, entnommen wurde. $B_{s\perp}$ beträgt $1.7 + 0.33 = 2.07$ T. Aus Gl. (4.3) und Gl. (4.12) folgt, daß für $B_0 > B_{s\perp}$ beide Kurven für $B_0 \parallel C$ und $B_0 \perp C$ parallel verlaufen müssen und der Unterschied zwischen beiden Kurven $\delta\nu$ beträgt.

Die Messungen zeigen für B_0 senkrecht zu der leichten Achse der Probe eine sehr große Breite des Spektrums (siehe Abb. (4.1)). Der Bereich von 2 MHz, in dem eine Spin-Echo-Intensität auftrat, ist in Abb. (4.2) als Balken dargestellt. Diese große Breite ist darauf zurückzuführen, daß in der polykristallinen Probe die Kristallite nicht genau parallel liegen. Das Magnetfeld kann daher nur für einzelne Bereiche genau senkrecht zur leichten Achse stehen. Diese Bereiche liefern die größte Aufspaltung infolge der Anisotropie des lokalen Feldes, damit ergibt sich aus Abb. (4.2), daß $\delta\nu \gtrsim 2.6$ MHz sein muß.

Der Einfluß der Verkippen einzelner Körner um einen Winkel Θ_0 in der Probe kann nur schwer berechnet werden, da die Magnetisierung innerhalb der Probe nicht mehr homogen sein wird. Zur Abschätzung nehmen wir daher eine einkristalline zylinderförmige Probe an, in der das Magnetfeld mit der leichten Richtung einen Winkel von $90^\circ \pm \Theta_0$ bildet. Weiter nehmen wir an, daß das Feld so groß ist, daß die Domänenwände verschwunden sind. Dann gilt für die Anteile der Gesamtenergie, die von Θ abhängen (siehe Abb. (4.4))

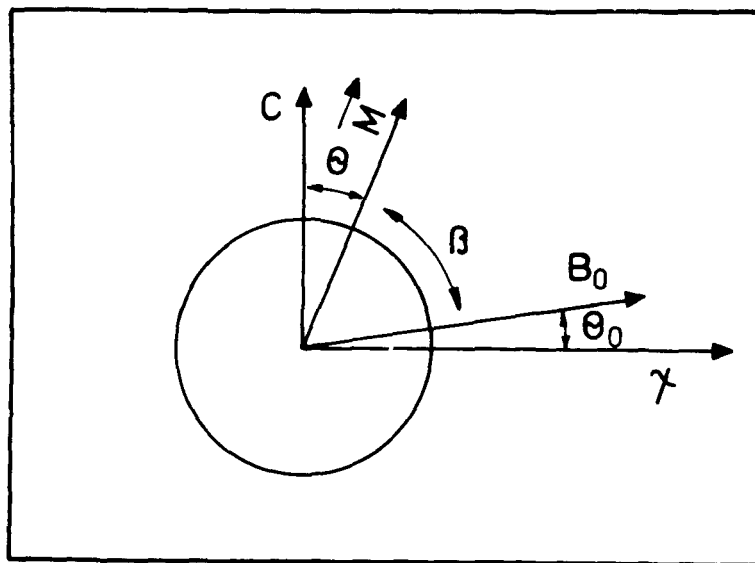


Abb. 4.4 Zur Entstehung des Gleichgewichtszustandes in einem Drehprozeß der Magnetisierung M einer zylinderförmigen Probe, wenn das äußere Feld B_0 einen Winkel $90^\circ - \Theta_0$ mit der leichten Achse C bildet. (Im Gegensatz zur Abb. (4.3) ist angenommen, daß keine Domänenwände mehr vorhanden sind, daher spielt das entmagnetisierende Feld keine Rolle.)

$$E = K \sin^2 \Theta - MB_0 \cos \beta \quad (4.13)$$

Aus Minimalisierung der Energie folgt eine Gleichung¹² 4. Grades von $\cos \beta$, deren Lösung den Winkel Θ für die gegebene Verkippen Θ_0 und Feldstärke B_0 ergibt. Aus der Lösung dieser Gleichung folgt, daß auch für die Feldstärke $B_0 > B_{s1}$ der Winkel verschieden von Null ist. Die Existenz eines Winkels β für eine Feld-

stärke $B_0 \gg B_{s1}$ bedeutet, daß die Magnetisierung M nicht vollständig in Richtung des äußeren Feldes B_0 gedreht wurde. Bei den hier verwendeten Feldern B_0 ist zur Abschätzung des Winkels β anzunehmen, daß in der Probe keine Blochwände vorhanden sind, daher hat das entmagnetisierende Feld $\mu_0 NM$ nicht die Richtung des äußeren Feldes B_0 . Infolgedessen ergibt sich aus Gl. (2.6) und Abb. (4.4) für die Resonanzfrequenz:

$$\nu_L^{(a)}(\theta) = \nu_a^{(a)} + \delta\nu \sin^2 \theta \pm \frac{\gamma}{2\pi} \mu_0 NM \mp \frac{\gamma}{2\pi} B_0 \cos \beta \quad (4.14)$$

In dieser Arbeit wurde numerisch für das Untergitter "a" bei $B_0 = 2.3$ T und für den Winkel $\theta_0: 5^\circ, 10^\circ, 15^\circ, 20^\circ$, der Winkel β berechnet. Danach ist aus Gl. (4.14) mit der angenommenen Frequenzaufspaltung $\delta\nu = -2.7$ die Resonanzfrequenz $\nu_L^{(a)}(\theta_0)$ bestimmt und in Abb. (4.2) markiert worden. Man sieht, daß die berechneten Frequenzen innerhalb des Spektrums für $B_0 \perp C$ liegen. Aus der Abschätzung für die Frequenzen $\nu_L^{(a)}(\theta_0)$, die wir mit dem Modell in Abb. (4.4) durchgeführt haben, können wir erwarten, daß die gemessenen Resonanzfrequenzen in dem Intervall von 65.6 MHz bis 67.6 MHz zu Körnern der Probe gehören, die bis zu 30° aus der leichten Achse C der Probe verkippt sind, d.h. die Streuung in der Resonanzfrequenz ist auf die Verkipfung der einzelnen Körner zurückzuführen. Entsprechend wurde für B_0 parallel zur leichten Achse C der Probe der Einfluß der Verkipfung untersucht. Die Ergebnisse zeigen, daß für Verkipfungen von 20° die Frequenzverschiebung innerhalb der Linienbreite von 200 KHz bleibt. Das ist die Erklärung dafür, daß die Linienbreite für B_0 parallel zur Achse C von dem äußeren Feld unabhängig ist.

Petrov und Kunevich⁶ haben an einem Einkristall von Bariumferrit bei 77 K und $B_0 = 1.6$ T die Abhängigkeit der Resonanzfrequenz von der Feldorientierung gemessen. Die gemessene Aufspaltung für B_0 senkrecht ist in Abb. (4.2) dargestellt. Man erkennt, daß das Feld $B_0 = 1.6$ T nicht ausreicht, um die Magnetisierung voll in die schwere Achse zu drehen. Der angegebene Wert für die Anisotropie der Resonanzfrequenz ist daher zu klein.

4.2 Verstärkungsfaktor in Domänen $\mathcal{M}_d$

Die Hyperfeinkopplung der Elektronenhülle mit dem Kern bewirkt sowohl in Blochwänden wie in Domänen eine Verstärkung des anregenden HF-Feldes. In diesem Abschnitt sind die Meßergebnisse aus Domänen dargestellt. Die Messungen wurden an der zylindrischen Probe bei 4.2 K mit dem HF-Feld parallel zur Zylinderachse der Probe und senkrecht zur leichten Achse C durchgeführt.

Die Messung des Verstärkungsfaktors für das Untergitter "c" wurde im Nullfeld gemacht, während für das Untergitter "a" außer der Messung im Nullfeld auch Messungen für die Feldstärke $B_0 = 0.3$ T und 0.75 T parallel zur leichten Achse C durchgeführt worden sind. Die experimentellen Ergebnisse sind zusammen mit den theoretischen Erwartungen aus Gl. (2.7) in der Tabelle 4.2 dargestellt.

Untergitter "a"			Untergitter "c"		
$\mathcal{M}_d$			$\mathcal{M}_d$		
B_0 [T]	Exp.	Theor.	B_0 [T]	Exp.	Theor.
0	21	28	0	21	28
0.3	21	28			
0.75	18	23			

Tabelle 4.2

Für beide Untergitter ist der Verstärkungsfaktor gleich, wie es aus Gl. (2.7) der Fall sein muß, da die Hyperfeinfelder fast identisch sind. Gegenüber den berechneten Werten ist der Verstärkungsfaktor um etwa 25 % zu klein, das ist auf systematische Fehler in der Eichung des Hochfrequenzfeldes zurückzuführen (siehe Unterkapitel 3.3). Die Feldabhängigkeit entspricht genau der Erwartung. Unterhalb der Sättigungsfeldstärke ist $\mathcal{M}_d$ konstant, da das äußere Feld vollständig abgeschirmt ist. Oberhalb der Sättigungsfeldstärke muß dann der Verstärkungsfaktor mit wachsendem Feld abnehmen.

5. Darstellung der Meßergebnisse aus Blochwänden

5.1 Diskussion von zwei Modellen für die 180° Blochwand

In diesem Kapitel werden die Meßergebnisse des Blochwandsignals behandelt. Zuerst wird hier mit Hilfe der zwei Modelle für die 180° Blochwand, die schon dargestellt wurden (siehe Abb. (2.2) und Abb. (2.3)), eine Aussage über den Verstärkungsfaktor und die Intensität in Abhängigkeit von der Frequenz und den Anregungsbedingungen berechnet. Diese Aussagen beziehen sich auf die Meßergebnisse, die später in diesem Kapitel dargestellt sind.

Aus der Spin-Echo-Technik erwartet man pro Spin eine Spin-Echo-Intensität, die durch die Gl. (3.4) gegeben ist. Für einen konstanten Abstand τ_{12} schreibt man:

$$i(\alpha) = \eta \sin^3(\alpha \eta) \quad (5.1)$$

Dabei ist $\alpha = \gamma \mu_0 H_1 \tau$ der Drehwinkel der Magnetisierung, der von dem äußeren HF-Feld verursacht wird. Wenn $N(x)$ Spins das Signal bei der Frequenz x liefern, wird die Intensität

$$I(x, \alpha) = N(x) \eta(x) \sin^3[\alpha \eta(x)] \quad (5.2)$$

dabei ist x die Frequenzeinheit, die durch Gl. (2.21) eingeführt wurde. Diese Funktion hat ihr Maximum, wenn das Argument gleich $\pi/2$ ist (siehe Gl. (3.5)), deshalb ist $I_m = \eta(x) N(x)$ die maximale Spin-Echo-Intensität. $N(x)$ kann durch den Abstand a zwischen zwei Spins beschrieben werden

$$N(x) = N(z) \frac{dz}{dx} = \frac{1}{a} \frac{dz}{dx} \quad (5.3)$$

Aus Gl. (2.16) und Gl. (5.3) folgt:

$$N(x) \eta(x) = \frac{c}{a} \frac{\partial z}{\partial x} \frac{\partial \theta}{\partial z} = \frac{c}{a} \frac{\partial \theta}{\partial x} \quad (5.4)$$

wobei $c = \frac{B_{HF}}{\mu_0} \frac{\partial z}{\partial H_y}$ ist.

Die Gl. (2.6) wird in der Frequenzeinheit x :

$$x = \sin^2 \theta \quad (5.5)$$

Differenziert man Gl. (5.5), so ergibt sich

$$\frac{\partial \theta}{\partial x} = \frac{1}{2[x(1-x)]^{1/2}} \quad (5.6)$$

Setzt man Gl. (5.6) in Gl. (5.4) ein, so folgt:

$$I_m = \frac{c}{2a[x(1-x)]^{1/2}} \quad (5.7)$$

Dabei sind a und c Konstanten des Materials.

I_m hängt also nicht von dem Verlauf der Magnetisierungsrichtung in der Wand ab, deshalb bekommt man sowohl für das Modell A als auch für das Modell B den gleichen Verlauf für die maximale Intensität als Funktion der Frequenz x . Die Abb. (5.1) zeigt diesen Verlauf sowie die Abhängigkeit des Verstärkungsfaktors $\mathcal{M}(x)$ in der Wand für beide Modelle.

Entsprechende Rechnungen für die Intensität des c-w Spektrums sind von Butler¹³ durchgeführt worden. Dabei erscheint nur eine Wurzelsingularität für die Wandmitte anstelle der beiden Singularitäten im Fall der Spin-Echo-Intensität.

Die Gl. (5.2) gibt die wirkliche Intensität nur im Grenzfall einer scharfen Linie für jede Spinorientierung. Zur Berechnung der echten Intensität muß man die lokale Linienformfunktion $f([x-x_0]/\Delta)$ berücksichtigen (genannt von Butler als "local line-shape function"), wobei x_0 die Meßfrequenz und Δ die lokale Linienbreite ist.

Die Größenordnung von Δ läßt sich aus der Linienbreite des Domänensignals abschätzen, die für beide Untergitter etwa 200 KHz beträgt (siehe Abb. (4.1)). Mit $\delta\nu = 2.66$ MHz bzw. 0.48 MHz für die Untergitter "a" und "c" (siehe Werte unten) ergibt sich $\Delta = 0.07$ für Untergitter "a" und $\Delta = 0.4$ für Untergitter "c". Für $f([x-x_0]/\Delta)$ wurde eine normierte Gaußfunktion angenommen

$$f\left(\frac{x-x_0}{\Delta}\right) = \frac{1}{\Delta} e^{-\left(\frac{x-x_0}{\Delta}\right)^2} \quad (5.8)$$

Durch Faltung der Gl. (5.2) mit dieser Formfunktion ergibt sich die Spin-Echo-Intensität $I(x_0, H_1)$ als Funktion der normierten Frequenz und der Feldstärke.

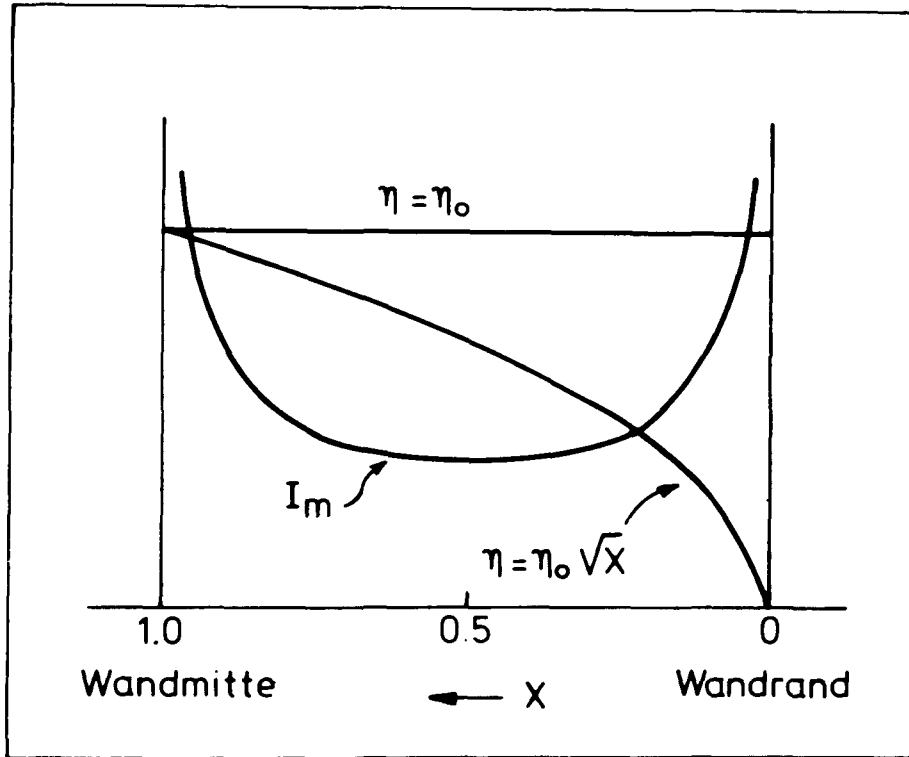


Abb. 5.1 Maximale Intensität I_m und Verstärkungsfaktor für die Modelle A und B.

$$I(x_0, \alpha) = \frac{c}{2\alpha\Delta} \int_0^1 e^{-\left[\frac{x-x_0}{\Delta}\right]^2} \frac{\sin^3[\alpha\eta(x)]}{[x(x-1)]^{1/2}} dx \quad (5.9)$$

Zuerst wird hier das Modell B behandelt. In diesem Fall gilt $\eta(x) = \eta_0 \sqrt{x}$ im oberen Integrand. Für die weitere Darstellung ist die Normierung $\eta_0 = 1$ gewählt.

Mit Hilfe des Integrals in Gl. (5.9) kann für eine feste Frequenz x_0 der Verlauf der Spin-Echo-Intensität als Funktion des Drehwinkels α berechnet werden. Die Integration in der Gl. (5.9) wurde numerisch für verschiedene Frequenzen x und Größen von Δ durchgeführt. Die Abb. (5.2) zeigt die Ergebnisse für $x_0 = 0.1$ und 0.9.

Man sieht aus Abb. (5.2), daß sich die verschiedenen Kurven bei der Frequenz $x_0 = 0.9$ kaum in ihren Breiten von der Breite der Kurven für $\Delta = 0$ unterscheiden. Dieses Verhalten ist auf folgende Weise erklärt: bei der Frequenz $x_0 = 0.9$ verursachen die verschiedenen Werte der lokalen Breite Δ im Integral der Gl. (5.9) eine Überlagerung von Funktionen $\sin^3 \alpha \eta(x)$, deren Verstärkungsfaktoren $\eta(x)$ fast identisch sind (siehe Abb. (5.1)). Infolgedessen werden die Kurven nicht verbreitert. Im Gegensatz überlagern sich bei $x_0 = 0.1$, d.h. fast am Wandrand, sehr unterschiedliche $\eta(x)$ und deshalb tritt eine Verbreiterung in den Kurven auf.

Aus Kurven, wie sie in Abb. (5.2) dargestellt sind, werden die Maxima entnommen und in Abb. (5.3) als Funktion der entsprechenden Frequenz aufgetragen. Die Auftragung liefert das Spektrum für das Modell B. Für das Modell A mit $\eta(x) = \eta_0$ zeigt die Abb. (5.4) die entsprechenden Ergebnisse der Rechnung.

Man sieht aus Abb. (5.3) und (5.4), wie das Spektrum durch den Einfluß der lokalen Linienbreite verschmiert wird und mit wachsender Δ die Maxima verschwinden.

Während in Abb. (5.4) das Spektrum immer symmetrisch zu $x = 0.5$ bleibt, ist in dem realistischen Wandmodell der Abb. (5.3) die maximale Intensität immer bei der Frequenz nahe der Wandmitte zu erwarten. Für $\Delta = 0.1$, das ist ungefähr der erwartete Wert für das Untergitter "a", sollten deutlich zwei Maxima auftreten: entsprechend $\Delta = 0.5$ (Untergitter "c") ist dagegen nur ein breites Maximum zu erwarten.

Die lokale Linienbreite hat auch einen Einfluß auf den zu messenden Wert des Verstärkungsfaktors. Aus den verschiedenen Maxima der Kurven in Abb. (5.2) kann ein mittlerer Verstärkungsfaktor $\bar{\eta}(x)$ definiert werden

$$\bar{\eta}(x) = \frac{\pi}{2\gamma\mu_0 H_A \tau} \quad (5.10)$$

Die Ergebnisse sind in Abb. (5.5) dargestellt, zusammen mit den experimentellen Werten $\bar{\eta}(x)$ (linke Skala), die im nächsten Abschnitt diskutiert werden, wobei eine Zunahme des $\bar{\eta}(x)$ mit wachsender Linienbreite Δ zu bemerken ist. Für den Parameter $\Delta = 0.1$ ergibt sich am Wandrand ein Verstärkungsfaktor $\bar{\eta}(0) \simeq 0.2$. Entsprechend für das Untergitter "c" $\bar{\eta}(0) \simeq 0.5$.

5.2 Darstellung und Diskussion der Meßergebnisse

Die Messungen wurden an der quaderförmigen Probe bei 4.2 °K durchgeführt. Um das Signal aus Blochwänden zu bekommen, regt man die Probe mit dem HF-Feld parallel zur leichten magnetischen Achse C an.

Unter dieser Bedingung verursacht das HF-Feld nur eine Verschiebung der Blochwände und deshalb ist keine Anregung des Domänensignals zu erwarten.

Mit der Fouriertransformationsmethode wurde für verschiedene Frequenzen in der Wand, sowohl für die Linie "a" wie für die Linie "c", die Spin-Echo-Intensität als Funktion der HF-Feldstärke H_1 gemessen. Die Abb. (5.6) und (5.7) zeigen für beide Linien drei charakteristische gemessene Kurven. Unten auf der x' -Achse ist der Drehwinkel $\alpha = \gamma \mu_0 H_1 \tau$ in Einheiten von 2π aufgetragen. In beiden Abbildungen erscheinen die Maxima der Kurven an verschiedenen Stellen. Mit Gl. (5.10) läßt sich zu jeder Lage des Maximums der mittlere Verstärkungsfaktor $\bar{\eta}(x)$ bestimmen oder auf der oberen Skala direkt ablesen. Der größte Verstärkungsfaktor $\bar{\eta}(x)$ beträgt über 5.000 für beide Linien und tritt in beiden Fällen bei der niedrigsten Frequenz auf. Andererseits ist bei der höchsten gemessenen Frequenz $\bar{\eta}(x) \simeq 2000$. Danach kann nur das Modell B mit variablem Verstärkungsfaktor die Messungen erklären. Die höchste Frequenz muß zum Wandrand und die niedrigste zu der Wandmitte gehören.

Die Maxima der Kurven in Abb. (5.6) und (5.7) liefern die Spektren für das Untergitter "a" und "c", die in Abb. (5.8) zusammen mit den mittleren Verstärkungsfaktoren dargestellt sind. Für

beide Linien ist die Frequenz des Domänensignals in Tabelle (5.1) als ν_{11} markiert. Man erkennt, daß sie sehr gut mit den höchsten Frequenzen für beide Linien übereinstimmt, wie es nach unserem Modell zu erwarten ist. Die folgende Tabelle enthält die Werte von ν_{11} , $\nu_{\perp}$ und $\delta\nu$ für die Spektren in Abb. (5.8).

Linie	ν_{11} [MHz]	$\nu_{\perp}$ [MHz]	$\delta\nu = \nu_{11} - \nu_{\perp}$ [MHz]
a	71.160	68.500	2.660
c	72.780	72.300	.480

Tabelle 5.1

Die schon erwähnte unterschiedliche Anisotropie des Hyperfeinfeldes $\delta\nu$ zwischen den Linien "a" und "c" ist zu bemerken. In Abb. (5.8) ist in der oberen Kurve der Verstärkungsfaktor als Funktion der Frequenz dargestellt. Für die Wandmitte ergibt sich für beide Linien $\eta_{\max} \approx 6000$. Die Frequenzabhängigkeit folgt recht gut dem Verlauf gemäß Gl. (2.18). In der Nähe des Wandrandes tritt noch ein sehr hoher Verstärkungsfaktor auf; das ist auf die endliche lokale Linienbreite zurückzuführen. Für eine genauere Anpassung verwenden wir Abb. (5.5), die den Einfluß der lokalen Linienbreite auf den mittleren Verstärkungsfaktor darstellt. Innerhalb der Meßgenauigkeit ergibt sich eine gute Anpassung mit $\eta_{\max} = 6.300$ und Werten von $\Delta = 0.3$ für Untergitter "c" und $\Delta = 0.1$ für Untergitter "a".

Weiter läßt sich der Intensitätsverlauf als Funktion des Drehwinkels α für Frequenzen nahe der Wandmitte ziemlich gut mit der Gl. (5.2) darstellen (siehe Abb. (5.6) und (5.7)); die ausgezogenen Kurven stellen den nach dieser Gleichung berechneten Verlauf dar. Die gemessenen Kurven zeigen nur eine geringe Verbreiterung, die einer Variation des Verstärkungsfaktors um weniger als einen Faktor zwei entspricht. Das bedeutet, daß für die Wandmitte ein fast einheitlicher Verstärkungsfaktor auftritt. Im Gegensatz zur Wandmitte finden wir aus dem Vergleich der gemessenen Kurven nahe der Frequenz des Wandrandes mit den berech-

neten Kurven in Abb. (5.2) bei $x_0 = 0.1$, daß für beide Linien die Breite des Maximums erheblich größer ist als die nach der Rechnung. Das bedeutet, daß hier ein erheblicher Teil der Intensität bei einem kleineren Verstärkungsfaktor auftritt, als nach dem Modell zu erwarten ist.

Der Vergleich der Maximalintensität als Funktion der Frequenz in Abb. (5.8) mit den Ergebnissen der Rechnung in Abb. (5.3) und (5.4) führt zu ähnlichen Schwierigkeiten. Nur bei der Linie "a" ist die Aufspaltung so groß, daß eine Struktur der Linie zu erkennen ist, Für beide Modelle läßt sich keine Übereinstimmung erreichen; in den gemessenen Spektren zeigt sich nur ein Maximum in der Nähe der Frequenz des Wandrandes. Stattdessen sollten für die Linie "a" für Werte von Δ zwischen 0.1 und 0.3 zwei Maxima an Wandrand und Wandmitte auftreten, die im Fall des konstanten Verstärkungsfaktors (Abb. (5.4)) symmetrisch sind, während im anderen Fall die größte Intensität in der Wandmitte auftritt. Auch bei einer größeren lokalen Linienbreite darf die maximale Intensität nicht am Wandrand auftreten.

Wenn man das gemessene Spektrum des Untergitters "a" mit den Modellen erklären will, muß man eine Variation der lokalen Linienbreite innerhalb der Wand annehmen, z.B. erhält man aus Abb. (5.3) etwa den beobachteten Intensitätsverlauf, wenn man am Wandrand einen Wert von $\Delta = 0.1$ und in der Mitte von $\Delta = 0.5$ annimmt. Eine solche Variation der Linienbreite wird von Turov diskutiert.¹⁴ Als Ursache wird dabei die Zunahme der Relaxation von Wandrand zu Wandmitte angenommen. In unserem Fall ist die Relaxationszeit in der Wandmitte $T_2 \approx 0.3$ ms gemessen worden (siehe Kapitel 6.), das entspricht einer Linienbreite von etwa 1 KHz, die zu vernachlässigen ist im Vergleich mit der Halbwertsbreite von 200 KHz des Domänensignals. Wegen des großen T_2 kann also eine dynamische Verbreiterung keine Rolle spielen.

Andererseits erscheint es sehr unwahrscheinlich, daß die statische Linienbreite, die durch Inhomogenitäten bewirkt ist, in der Wand um einen Faktor 5 gegenüber der Linienbreite in den Domänen ansteigt. Damit müssen wir eine Variation der lokalen

Linienbreite Δ als Ursache für die Form des Spektrums ausschließen.

Das Auftreten der hohen Intensität für beide Linien in der Nähe des Wandrandes hängt mit der großen gemessenen Anzahl der Spins mit einem kleinen Verstärkungsfaktor zusammen. Eine Erklärung für dieses Ergebnis können wir nicht geben.

Mit der Gl. (2.24) haben wir für die Wandmitte einen Verstärkungsfaktor $\eta_0 = 8 \times 10^4$ berechnet. Dieser Wert ist ungefähr zehnmal größer als der experimentelle Wert. Diese Diskrepanz ist nicht auf Fehler in den abgeschätzten Werten für δ_w und d zurückzuführen. Deshalb muß die Wandbewegung kleiner sein als durch das Entmagnetisierungsfeld gegeben ist. Das kann zwei verschiedene Ursachen haben: 1. die sich bewegende Wand besitzt Trägheitseigenschaften, und man kann ihr daher eine effektive Masse zuschreiben; sie wird eine oszillierende Bewegung um ihre Gleichgewichtslage ausführen.

Die Resonanzfrequenz der Wand hängt von der Qualität des Materials ab, nur wissen wir nicht, wie groß die Resonanzfrequenz unserer Probe sein kann. Für andere Ferrite sind Resonanzfrequenzen der Wand zwischen 20 und 80 MHz gefunden worden,¹⁵ d.h., daß in unserem Fall die Larmor-Frequenz der Kerne höher als die Resonanzfrequenz der Wand sein kann und daher die Wand dem HF-Feld nicht völlig folgen kann.

2. Die Wandbewegung kann wegen Inhomogenitäten besonders an den Korngrenzen des polykristallinen Materials behindert sein.

Stearns und Ullrich¹⁶ haben mit der Impuls-Echotechnik an pulverförmigen Fe-Si-Legierungen Messungen des Verstärkungsfaktors durchgeführt. Sie konnten ihre Ergebnisse mit dem Membranmodell¹⁷ erklären. Dieses Modell geht davon aus, daß in dem gemessenen Signal eine Überlagerung von Verstärkungsfaktoren vorhanden ist. Gründe dafür sind u.a.: Pinning der Wand, unterschiedliche Oberfläche der Membran. Wir finden dagegen für die Frequenz der Wandmitte einen fast einheitlichen Verstärkungsfaktor. Das bedeutet, daß Pinningeffekte hier keine wesentliche Rolle spielen. Als Erklärung für diese Tatsache werden wir die Wandverschiebung, die durch das HF-Feld bewirkt wird, berechnen. Für die maximale Spin-Echo-Intensität folgt aus Gl. (3.5)

$\eta \mu_0 H_1 = \pi/2\gamma\tau$. Diesem am Ort des Kernes wirkenden HF-Feld entspricht eine Drehung der Magnetisierung (siehe Abb. (2.1)) von:

$$\Delta\theta = \frac{\eta \mu_0 H_1}{B_{hf} + \frac{1}{3} \mu_0 M} \quad (5.11)$$

Mit $\tau = 10^{-6}$ s, $B_{hf} = 50$ T erhält man also $\Delta\theta \simeq 0.4 \cdot 10^{-2}$ rad. Aus Gl. (2.14) folgt für die Wandverschiebung bei der Anregung des Signals der Wandmitte

$$\Delta z = \frac{\Delta\theta}{\pi} \delta_w \simeq 10^{-3} \delta_w \quad (5.12)$$

Bei solch kleiner Verschiebung, die ungefähr $0.1 \text{ \AA}$ entspricht, ist nicht zu erwarten, daß die Wandbewegung durch Störstellen wesentlich behindert wird. Diese Wandverschiebung entspricht einer Geschwindigkeit der Wand von etwa 0.1 cm/s , die sehr gering im Vergleich mit der kritischen Geschwindigkeit der Wand ist.¹⁵ Die Struktur der Wand wird dann also durch die Bewegung im HF-Feld nicht verändert.

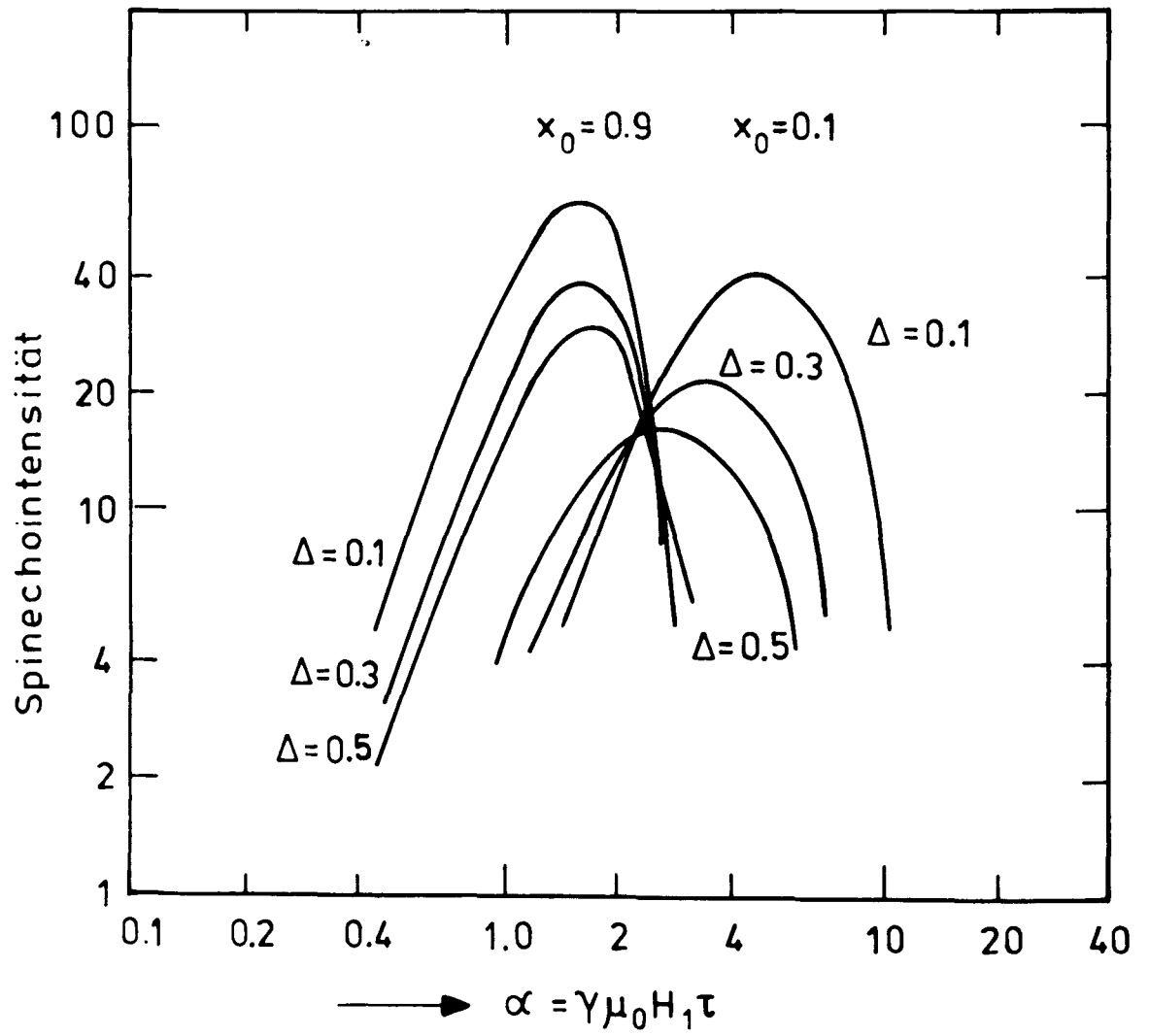


Abb. 5.2 Spin-Echo-Intensität als Funktion des Drehwinkels α nach dem Modell B.

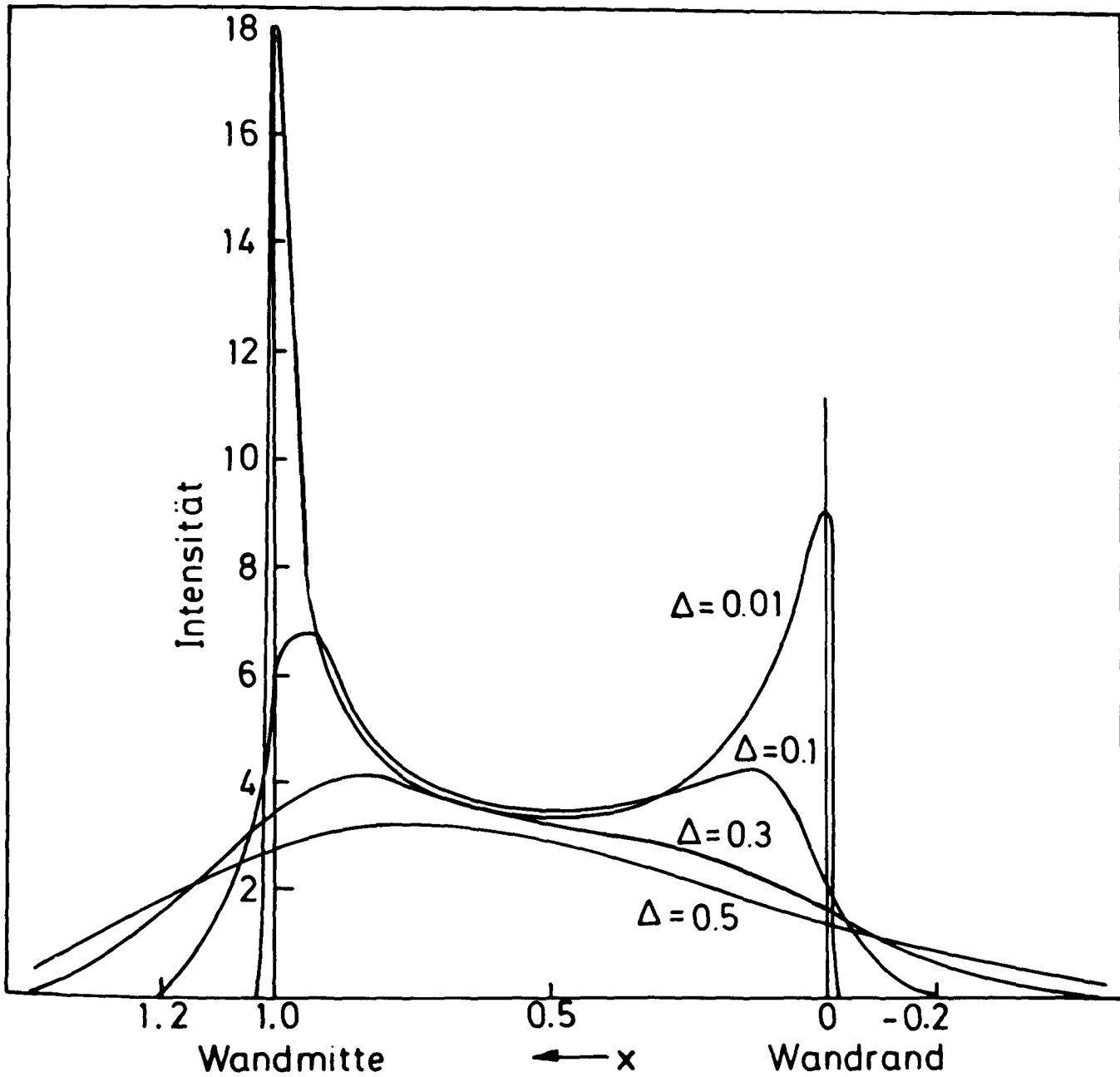


Abb. 5.3 Berechnetes Spektrum für verschiedene lokale Breiten nach dem Modell B.

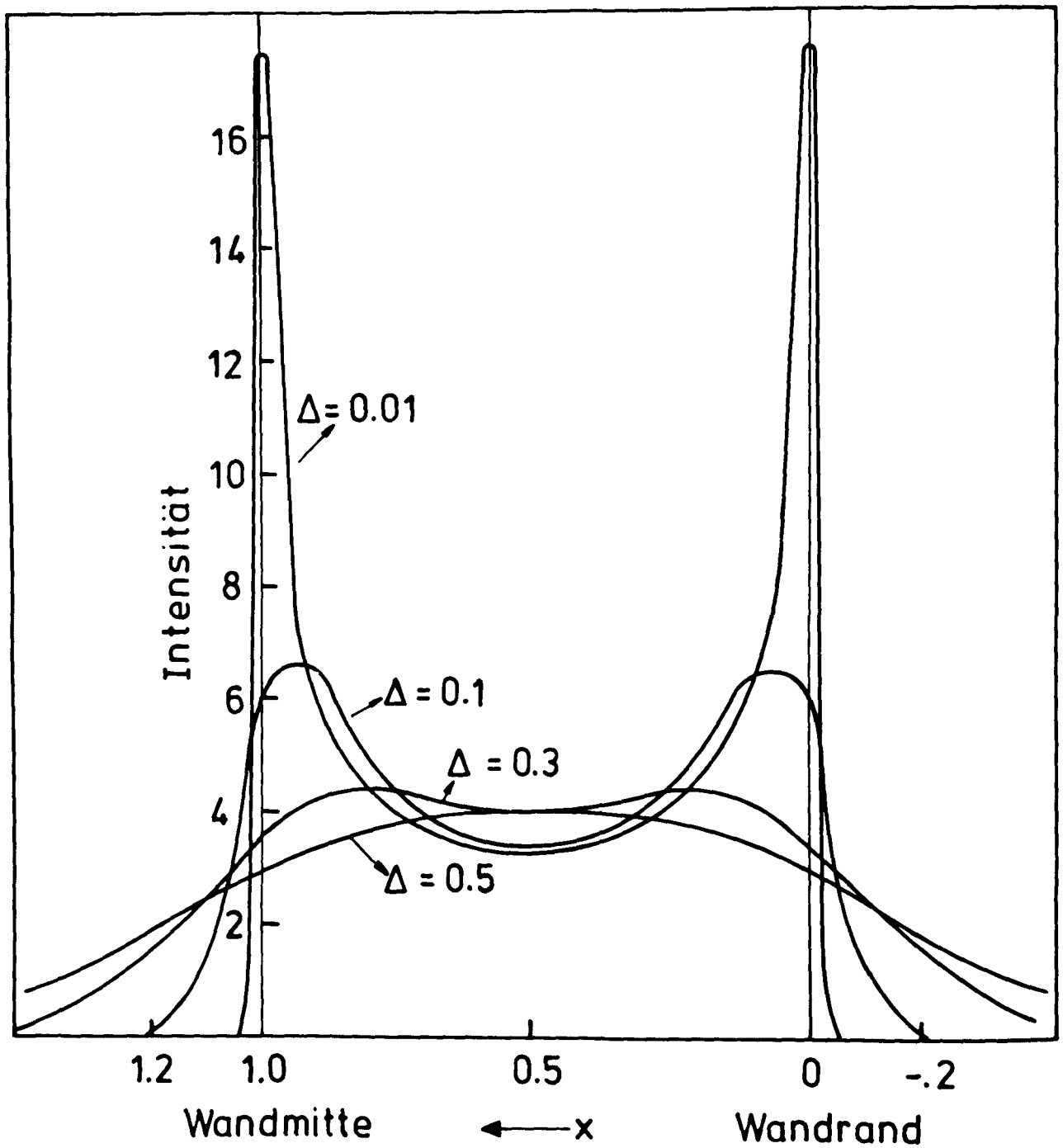


Abb. 5.4 Berechnetes Spektrum für verschiedene lokale Breiten nach dem Modell A.

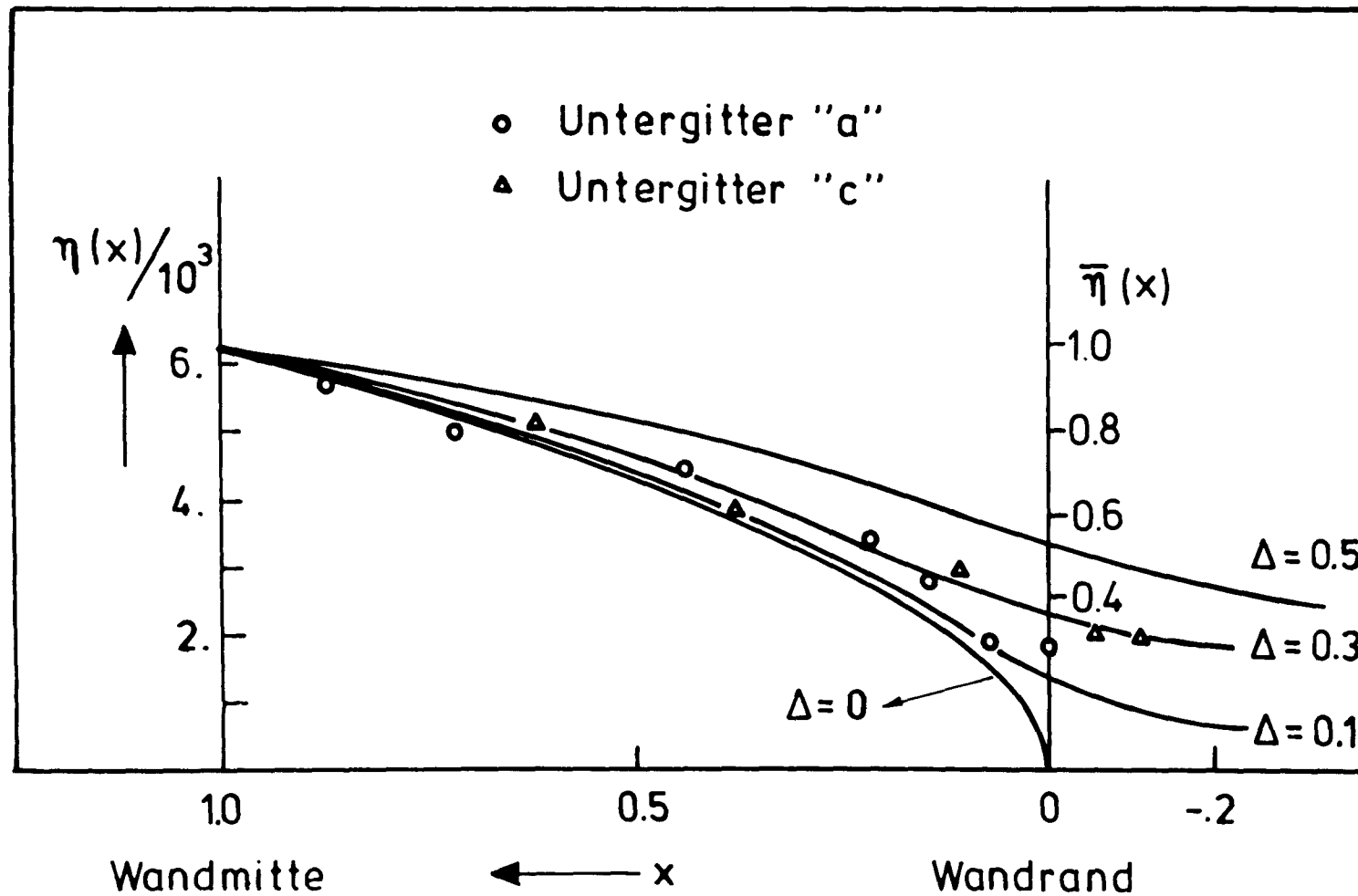


Abb. 5.5 Mittlerer Verstärkungsfaktor $\bar{\eta}(x)$ als Funktion der normierten Frequenz x , berechnet für verschiedene Werte der lokalen Linienbreite Δ (durchgezogene Kurve). Die Kurven sind normiert auf den Wert 6300 für die Wandmitte ($x=1$), der sich aus den Meßwerten für Untergritter "a" und "c" ergibt.

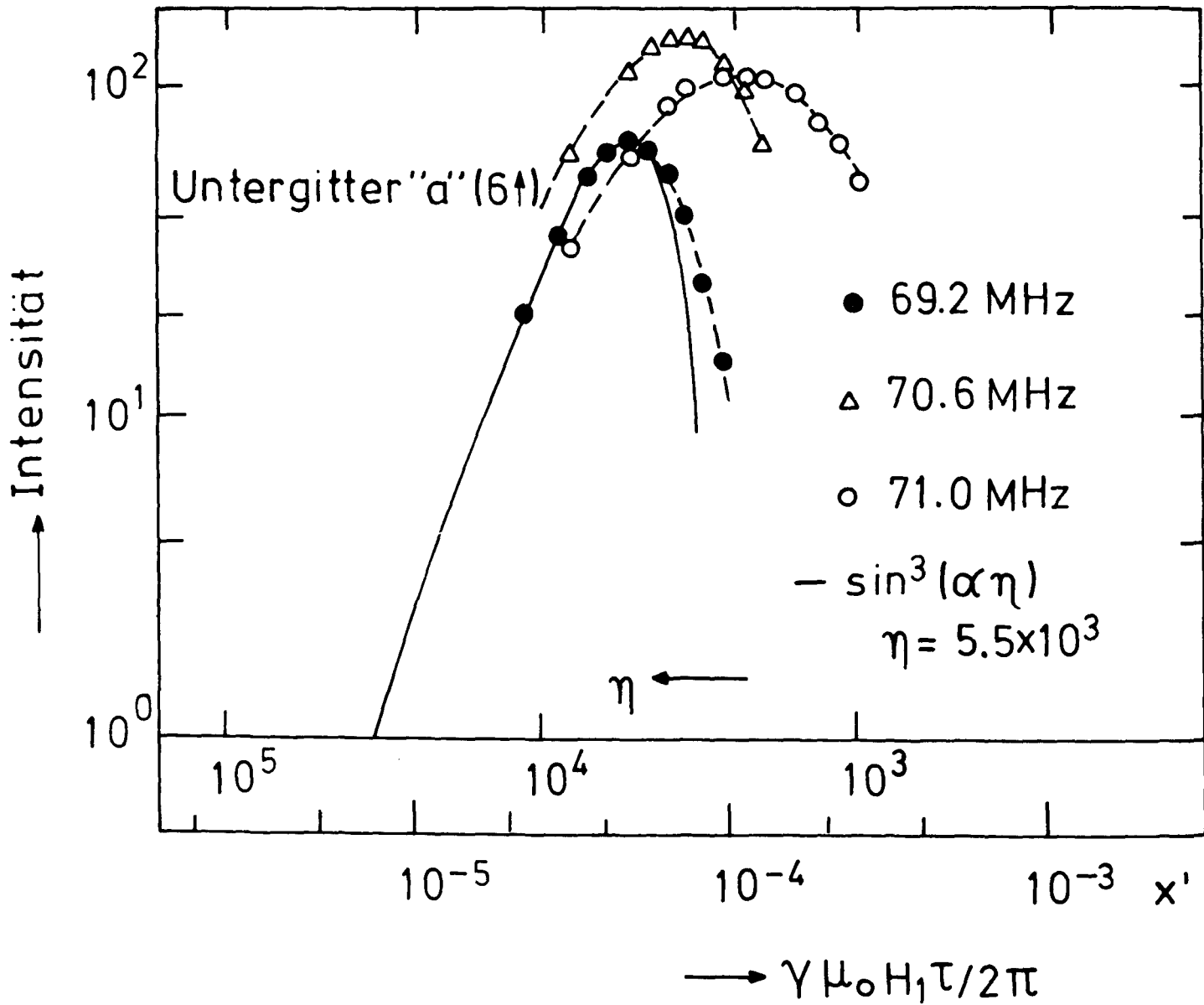


Abb. 5.6 Spin-Echo-Intensität als Funktion des Drehwinkels $\alpha/2\pi$. Die Lage des Maximums liefert direkt den Wert des mittleren Verstärkungsfaktors auf der oberen Skala.

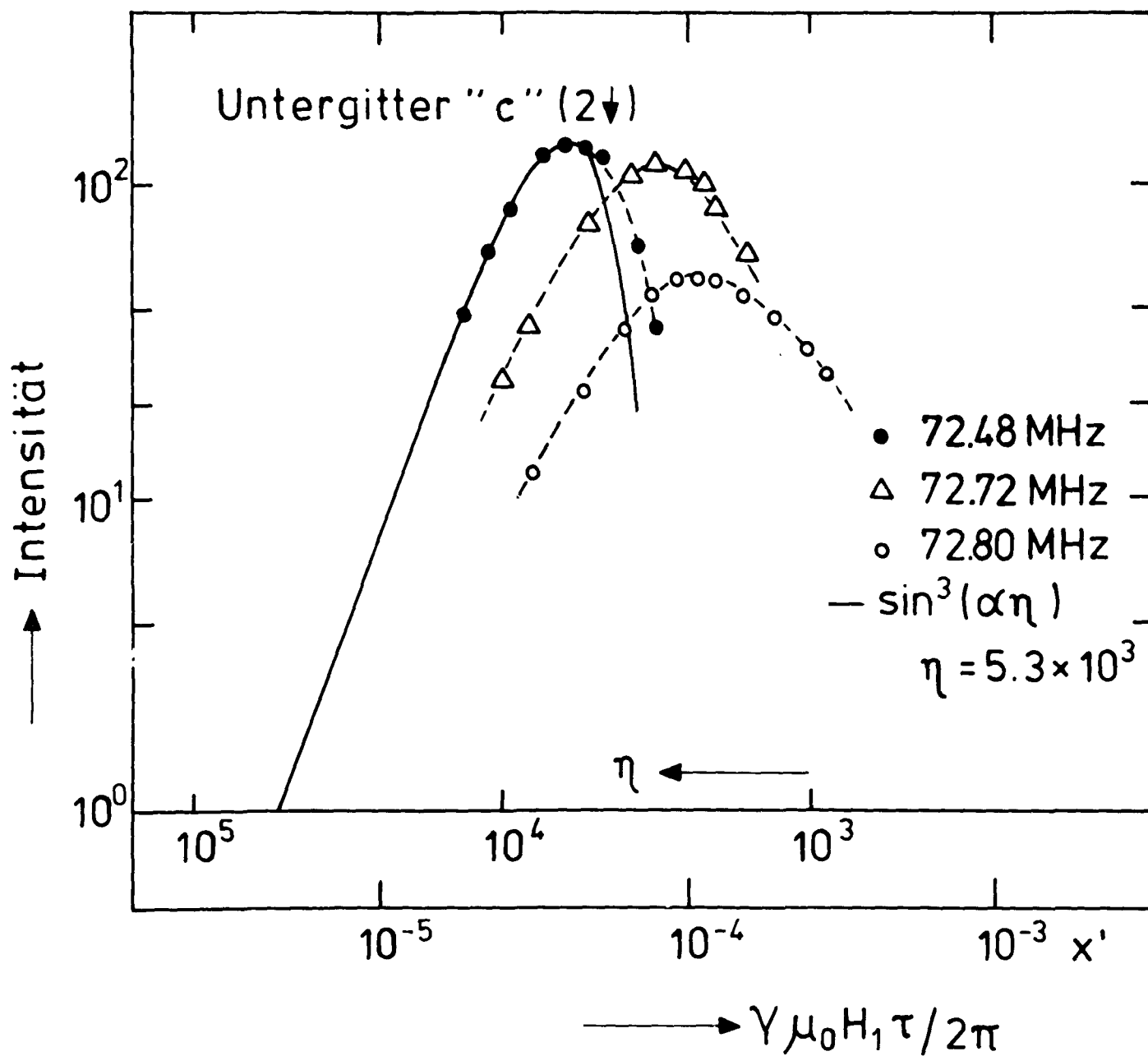


Abb. 5.7 Spin-Echo-Intensität als Funktion des Drehwinkels $\alpha/2\pi$ für das Untergitter "c".

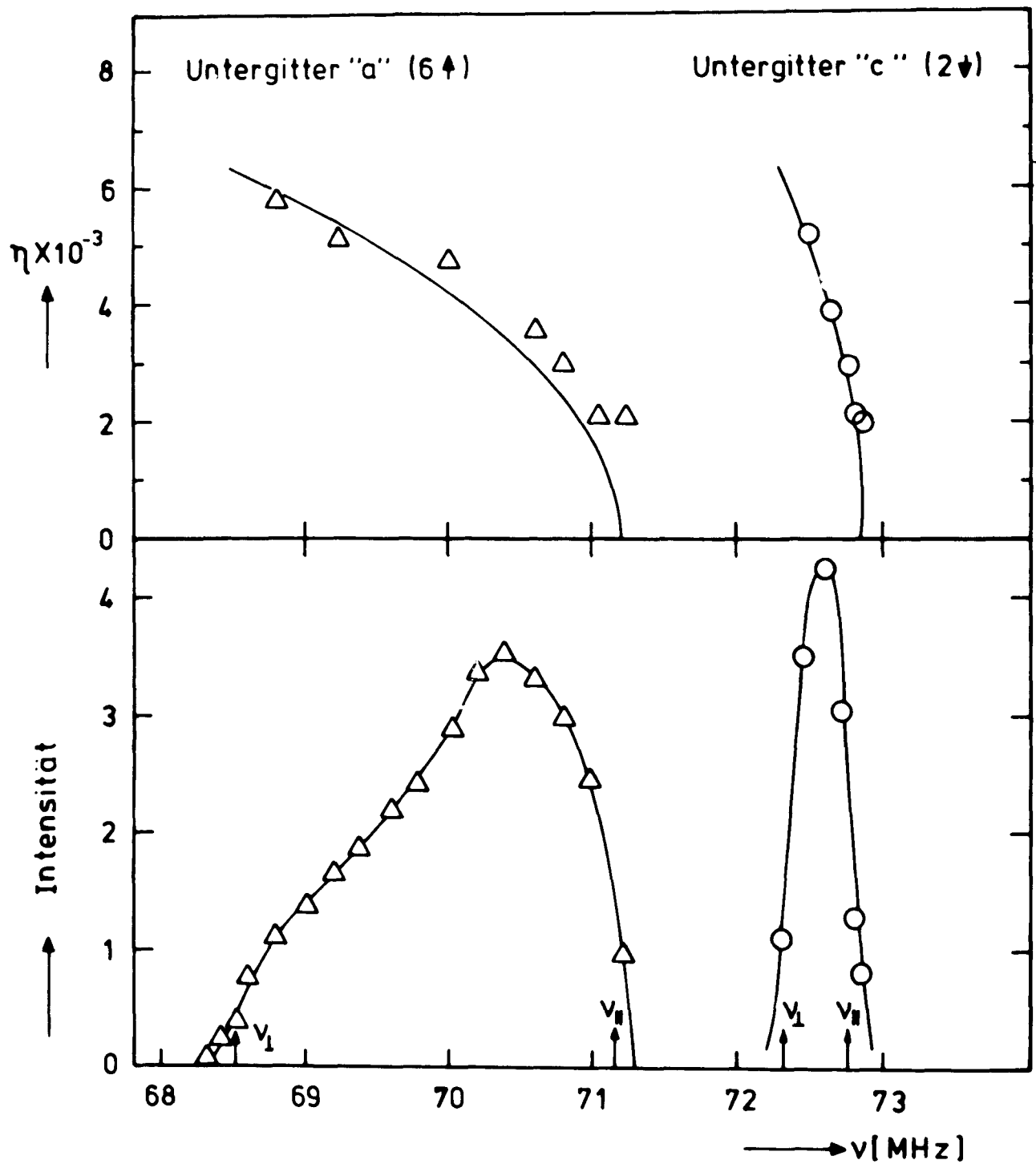


Abb. 5.8 Unten Spektren der Linien "a" und "c", oben gemessener Verstärkungsfaktor, dabei stellen die durchgezogenen Kurven den Verlauf des Verstärkungsfaktors gemäß Gl. (2.18) mit der Normierung $\eta = 6300$ für die Wandmitte dar.

6. Relaxationszeiten T_1 und T_2 in Domänen und Blochwänden

Die Kenntnisse der Relaxationsprozesse sind wichtig, weil sie Informationen über die Kopplung und den Energieabfluß aus dem Kernsystem zu dem Gittersystem vermitteln, wobei unter Gitter nicht nur thermische Schwingungen verstanden werden, sondern auch die Anregung von Magnonen. Dieser Prozeß wird durch die Spingitterrelaxationszeit T_1 beschrieben. Der Abbau der transversalen Komponente der Magnetisierung verläuft im allgemeinen schneller, er wird durch die Spin-Spin-Relaxationszeit T_2 beschrieben. Im allgemeinen Fall enthält der mit der Spin-Echo-Technik gemessene Wert von T_2 die Anteile der Spingitterrelaxation und die Spin-Spin-wechselwirkung ohne Energieaustausch mit dem Gitter. Wie wir sehen werden, ist bei unseren Messungen immer $T_2 \ll T_1$, so daß wir den Anteil der Spingitterrelaxation an T_2 vernachlässigen können.

6.1 Relaxationszeiten T_1 und T_2 in Domänen

In diesem Subkapitel werden zuerst die Relaxationsprozesse in den Domänen behandelt. In homogen magnetisierten Proben beträgt die niedrigste Energie der Magnonen

$$\epsilon_0^d = g \mu_B H_A \quad (6.1)$$

Aus dieser Gleichung erhält man für Bariumferrit $\epsilon_0^d \simeq 50$ GHz, die viel größer als die Zeeman-Energie der Kerne ist. Das bedeutet, daß die Spingitterrelaxation durch Magnonen nur durch einen Zwei- oder Drei-Magnonenprozeß möglich ist.

Die Messungen wurden an der gleichen Probe unter derselben Anordnung wie bei der Messung der Abhängigkeit der Resonanzfrequenz vom Magnetfeld im Fall $B_0 \parallel C$ im Untergitter "a" und "c" durchgeführt. Der kleine Verstärkungsfaktor in der Größenordnung von 20 bestätigt, daß es sich um das Domänensignal handelt.

Die Abb. (6.1) stellt die Relaxationskurven T_1 des Untergitters "a" bei 4.2 K im Nullfeld und für die äußere Feldstärke $B_0 = 0.35 \text{ T}$ und 0.7 T in Richtung der Achse C dar. In den drei Fällen verläuft die Relaxation gleich. Sie ist im wesentlichen exponentiell mit der Überlagerung eines schneller relaxierenden Anteils, der ungefähr 30 % der gesamten Intensität ausmacht. Wir wissen nicht, ob dieser Anteil, dessen $T_1 \approx 0.1 \text{ s}$ beträgt, mit den Verunreinigungen oder mit den Korngrenzen zusammenhängt. Das Auftreten dieses Anteils auch im gesättigten Zustand schließt die Möglichkeit aus, daß er durch die Domänenwände verursacht ist. In Abb. (6.2) links ist T_1 für die langsam relaxierende Komponente als Funktion der Temperatur zusammen mit entsprechenden Werten für T_2 dargestellt. Man sieht aus der Abb. (6.2), daß für beide Untergitter T_1 fast gleich ist. Zum Vergleich werden hier einige Meßergebnisse von YIG herangezogen. An reinen YIG-Einkristallen wurde T_1 von etwa 200 s bei 4 K gemessen¹⁸, während in unserem Fall $T_1 \sim 1 \text{ s}$ beträgt. Das Anisotropiefeld von Bariumferrit ist viel größer als bei YIG, deshalb ist es zu erwarten, daß die Relaxation durch die oben erwähnten Magnonenprozesse noch schwächer als im YIG ist. Es gibt andere Faktoren, die die Relaxation beeinflussen und bestimmen können, wie z.B. Verunreinigung in dem Material¹⁹ sowie die Korngrenzen. Alle diese Faktoren lassen sich nicht abschätzen, deswegen werden wir in diesem Abschnitt den Schwerpunkt auf den Vergleich der Resultate zwischen Domänen und Blochwänden legen.

Die Spin-Spin-Relaxation verläuft exponentiell mit $T_2 = 18 \text{ ms}$ wiederum von B_0 unabhängig. T_2 ist viel kleiner als T_1 und die Temperaturabhängigkeit ist schwächer. Die Tatsache, daß $T_1 \gg T_2$ ist, bedeutet, daß die Relaxationszeit T_2 durch den Spin-Spin-Prozeß T_2' bestimmt ist. Aus Abb. (6.2) bemerkt man, daß T_2 für die Linie "c" etwa zweimal länger als für die Linie "a" ist. Nun ist das Untergitter "a" mit 6 Fe-Plätzen in der Elementarzelle stärker als das Untergitter "c" (2 Fe-Plätze) besetzt. Die Stärke der Spin-Spin-Relaxation wächst also mit der Anzahl der benachbarten Fe-Kerne des gleichen Untergitters, d.h. der gleichen Frequenz. Das ist die Eigenschaft der Suhl-Nakamura-Wechselwirkung,²⁰ bei der die Wechselwirkung nur zwischen zwei

Kernen mit der gleichen Resonanzfrequenz durch die Emission und die spätere Absorption eines Magnons erfolgt. Die Suhl-Nakamura-Wechselwirkung ist vom äußeren Feld abhängig, aber die hier verwendete Feldstärke liegt in ihrer Größe weit unter dem Anisotropiefeld. Deshalb ist keine Änderung von T_2 zu erwarten. Im Gegensatz zu T_2 ist die Spin-Gitterrelaxation in beiden Untergittern gleich. Die unterschiedliche Umgebung der Fe-Kerne hat also keinen Einfluß auf die Spin-Gitterrelaxation. Hier handelt es sich also um die Wechselwirkung eines einzelnen Fe-Kerns mit der Umgebung.

6.2 Relaxationszeiten T_1^W und T_2^W in Blochwänden

Die Relaxationsprozesse in Blochwänden wurden von Winter² und Turov¹⁴ behandelt. Diese Prozesse unterscheiden sich wesentlich von denen in Domänen, da außer der Spinwellen in homogen magnetisierten Substanzen eine zweite Art von Anregungszuständen in den Blochwänden vorhanden ist, nämlich der Wandanregungszeit. Dieser Zweig entspricht einer Verschiebung der ganzen Wand aus ihrer Gleichgewichtslage gegen die Bindungskräfte, die die Wand an ihrem Ort festhalten. Die Bindungskräfte wurden von Turov⁵ durch ein effektives Anisotropiefeld H_A' beschrieben. Dann ergibt sich für die Dispersionsrelation des Magnonen- und des Wandanregungszeit:

$$\epsilon_k^d = g \mu_B (H_A + H_E \alpha^2 k^2)^{1/2} (H_A + M + H_E \alpha^2 k^2)^{1/2} \quad (6.2)$$

$$\epsilon_k^w = g \mu_B (H_A' + H_E \alpha^2 k^2)^{1/2} (M + H_E \alpha^2 k^2)^{1/2} \quad (6.3)$$

H_E ist das Austauschfeld.

Dabei hat der Wellenvektor k im Fall der Wandanregung nur Komponenten in der Wandebene. Wegen des großen Anisotropiefeldes ist die Minimalenergie für die Magnonen in Bariumferrit etwa 50 GHz und damit groß gegen die Kernresonanzfrequenz. Dagegen kann die Frequenz für den Wandanregungszeit im Bereich der Kernresonanzfrequenz liegen.

Dann sind "Einmagnonenprozesse" mit dieser Wandanregung möglich, das bedeutet, daß die Relaxationszeiten erheblich kleiner als in der Domäne sind. Die Stärke der Kopplung zwischen den Kernen und der Wandbewegung hängt von der Stelle in der Wand ab, deswegen ist ein Zusammenhang zwischen Relaxationsstärke $1/T_1^w$ und dem Verstärkungsfaktor η zu erwarten. In der Wandmitte, wo der η am größten ist, muß auch die größte Relaxationsstärke $1/T_1^w$ auftreten. Turov¹⁴ macht für die gesamte Relaxationsstärke $1/T_1^w$ in der Wand folgenden Ansatz

$$\frac{1}{T_1^w} = \frac{1}{T_1^d} + T_{w1} \sin^2 \theta + T_{w2} \sin^4 \theta \quad ; \quad \sin \theta \sim \eta \quad (6.4)$$

wobei T_1^d die Spin-Gitterrelaxationszeit in Domänen ist, T_{w1} und T_{w2} die Linienbreite der NMR der Kerne in der Wandmitte für Ein- und entsprechend Zweimagnonenprozesse sind. T_{w1} ist proportional zu der Temperatur falls die Faktoren wie H_A' und die Dämpfungskonstante der Wand, die die Wandbewegung bestimmen, konstant bleiben.

An der gleichen Probe, mit der die übrigen Messungen des Wandsignals durchgeführt wurden, sind T_1^w und T_2^w für beide Linien bei verschiedenen Frequenzen gemessen worden. Die Meßergebnisse zeigen, daß die Relaxationsprozesse in den Blochwänden tatsächlich stärker als in Domänen sind. Weiter finden wir, daß T_1^w und T_2^w von der Stelle in der Wand abhängig sind. Abb. (6.2) stellt rechts die Meßergebnisse aus Blochwänden vor. Man sieht, daß T_1^w und T_2^w um etwa einen Faktor 100 kleiner als in Domänen sind. Wie in den Domänen ist T_2^w kleiner als T_1^w . Weiter ist für beide die Temperaturabhängigkeit schwächer als in Domänen.

Die Abb. (6.3) zeigt die zugehörigen Relaxationskurven für zwei Frequenzen des Untergitters "a". Die Kurve "a" gehört einer Frequenz nahe der Wandmitte, während die Kurven b bis e einer Frequenz nahe des Wandrandes entsprechen. Wir haben gefunden, daß die Relaxationskurve a von Änderungen in der Feldstärke H_1 um einen Faktor zwei unabhängig ist. Das spricht dafür, daß bei

dieser Frequenz ein fast einheitlicher Verstärkungsfaktor vorhanden ist, wie die Messungen des Verstärkungsfaktors gezeigt haben. Andererseits hängt der Relaxationsverlauf bei der Frequenz 71.1 MHz von der Feldstärke H_1 ab; je größer die Leistung ist, desto länger wird T_1^w . Eine große Leistung entspricht aber einer Anregung der Kerne mit kleinen Verstärkungsfaktoren. Mit dem Drehwinkel $\alpha = \gamma \tau \mu_0 H_1$ ergibt sich aus der Bedingung für optimale Anregung $\alpha \mathcal{M} = \pi/2$ der Verstärkungsfaktor für jede Feldstärke H_1 . Die Relaxationskurven b bis e zeigen einen schneller relaxierenden Anteil, der beweist, daß hier tatsächlich eine Überlagerung von Signalen aus verschiedenen Stellen der Wand vorliegt. In Abb. (6.4) wurde die Relaxationsstärke $1/T_1^w$ für das Untergitter "a" und "c" gegen den so bestimmten Wert von $\mathcal{M}^2$ aufgetragen. Für beide Untergitter liegen die Punkte innerhalb der Meßgenauigkeit auf einer Geraden. Die Proportionalität $1/T_1^w \sim \mathcal{M}^2$ bedeutet nach Gl. (6.4), daß der Relaxationsprozeß T_1^w durch einen Einmagnonenprozeß bestimmt ist. Hier ist eine Temperaturabhängigkeit $1/T_1 \sim T^{1.6}$ gemessen worden. Diese Abhängigkeit ist schwächer als die, die in Domänen gefunden wurde, aber stärker als die erwartete Abhängigkeit aus der Gl. (6.4), falls H_A' , Dämpfungskonstante, Frequenz der Wand, konstant bleiben. Eine Erklärung für solche stärkere Temperaturabhängigkeit können wir nicht geben.

-R

Im Gegensatz zur Spin-Gitterrelaxationszeit ist die Spin-Spin-Relaxationszeit für die beiden Untergitter verschieden. Der Unterschied ist für das Wandsignal noch erheblich größer als für die Domänensignale. Es existiert also eine Kopplung, ähnlich der Suhl-Nakamura-Wechselwirkung, die jedoch über die Wandmagnonen vermittelt wird. Eine solche Kopplung wurde schon von Winter² angenommen. Die Stärke dieser Kopplung wächst wie bei T_1^w mit dem Verstärkungsfaktor; die Abb. (6.4) zeigt oben diese Abhängigkeit. Wegen der unterschiedlichen Häufigkeit der Kerne bei den verschiedenen Frequenzen, erscheint eine Berechnung des Zusammenhangs zwischen $\mathcal{M}$ und T_2^w jedoch nicht möglich.

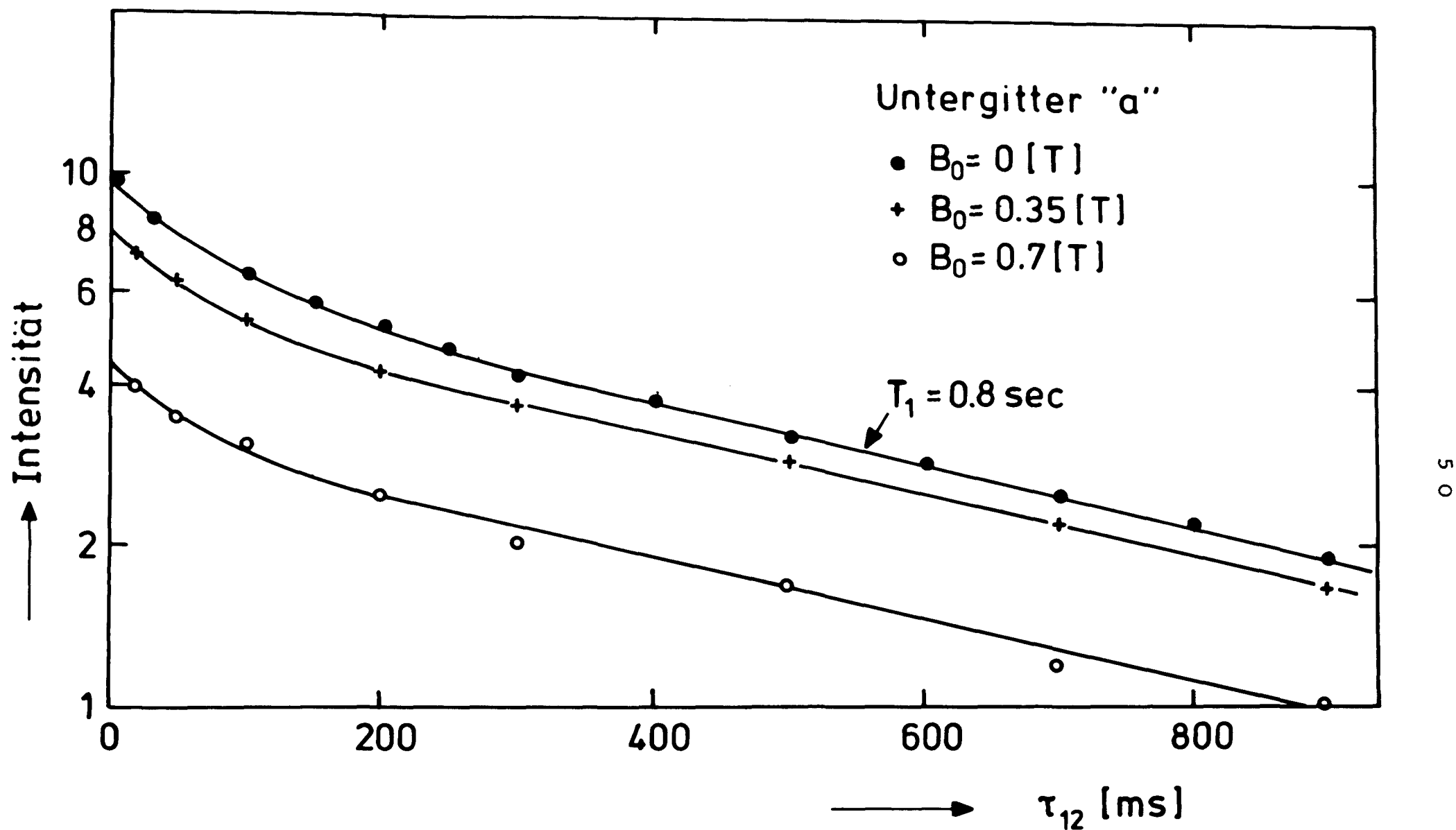


Abb. 6.1 Spin-Gitterrelaxationskurven des Untergritters "a" in Domänen für die verschiedenen Werte der Feldstärke B_0 parallel zur Achse C bei 4.2 K.

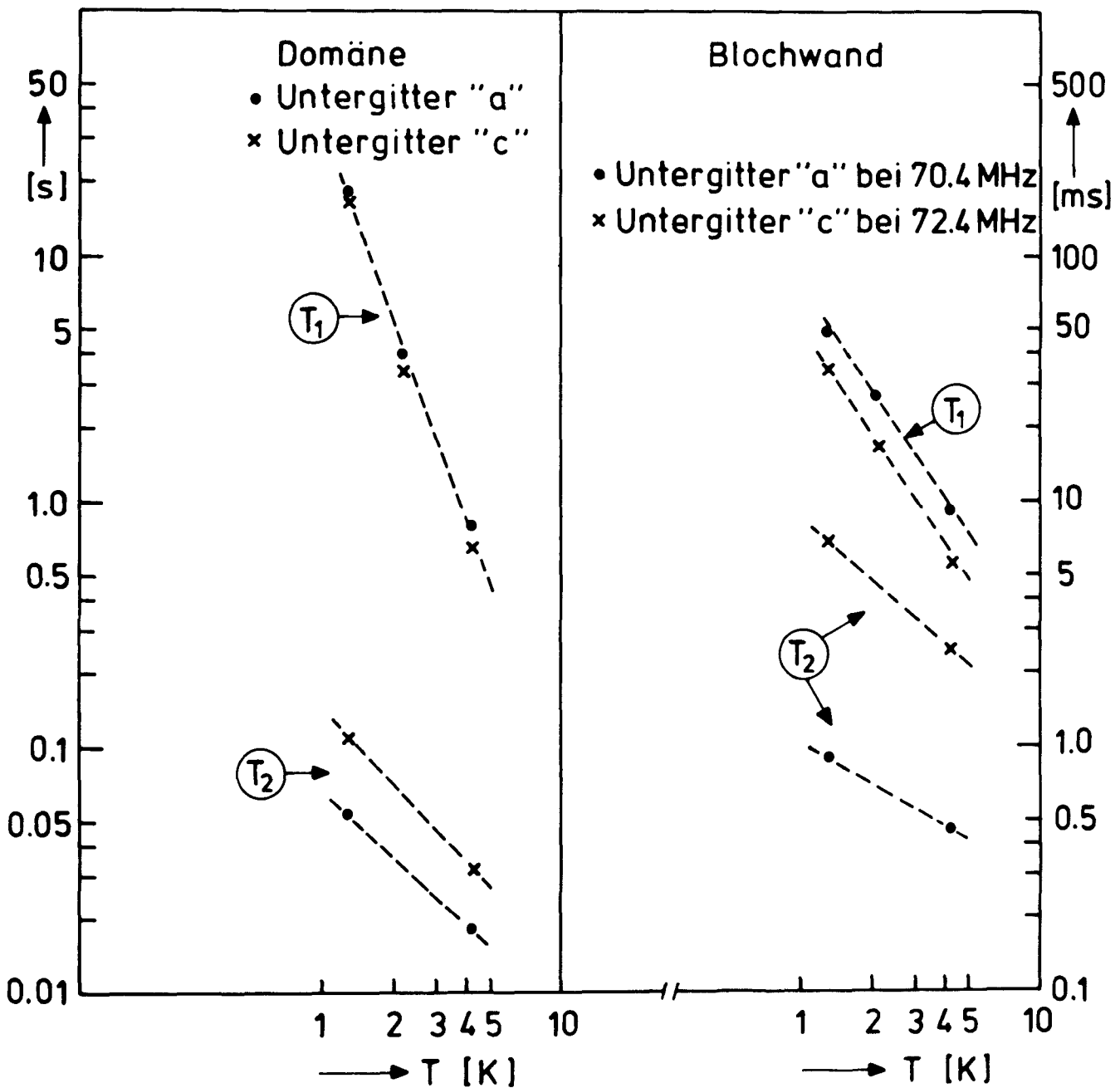


Abb. 6.2 Temperaturabhängigkeit von T_1 und T_2 . Links Domänensignal für Untergritter "a" und "c", rechts entsprechende Wandsignale für jeweils einen Frequenzwert (der Zeitmaßstab ist für das Wandsignal auf 1 % verkürzt).

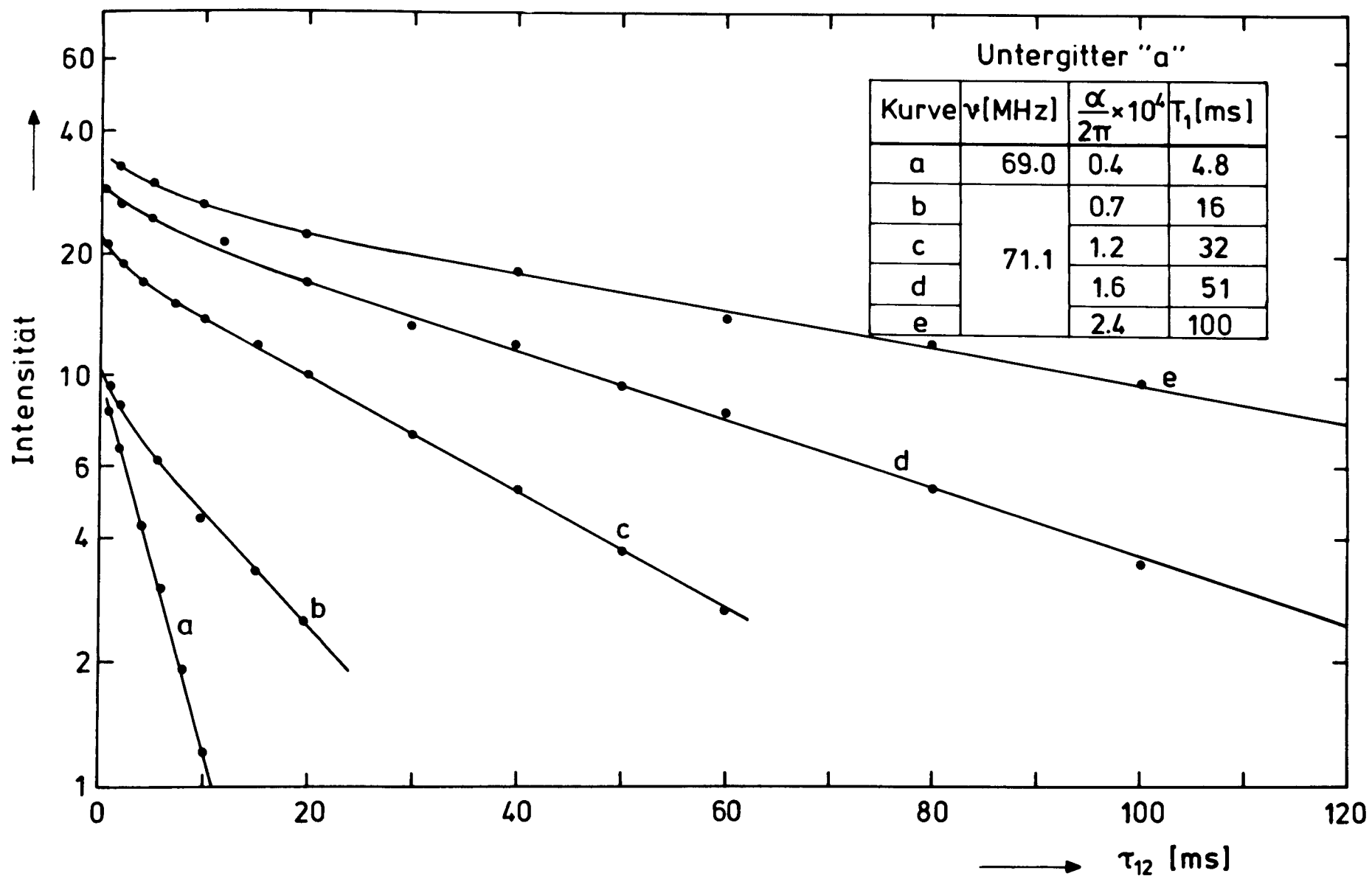


Abb. 6.3 Spingitterrelaxationskurven für das Wandsignal bei $T = 4.2$ K. (a) Frequenz nahe der Wandmitte, (b) bis (e) Frequenz nahe des Wandrandes für verschiedene Leistungen des anregenden HF-Feldes (der Intensitätsmaßstab der Kurven (b) bis (e) ist einheitlich).

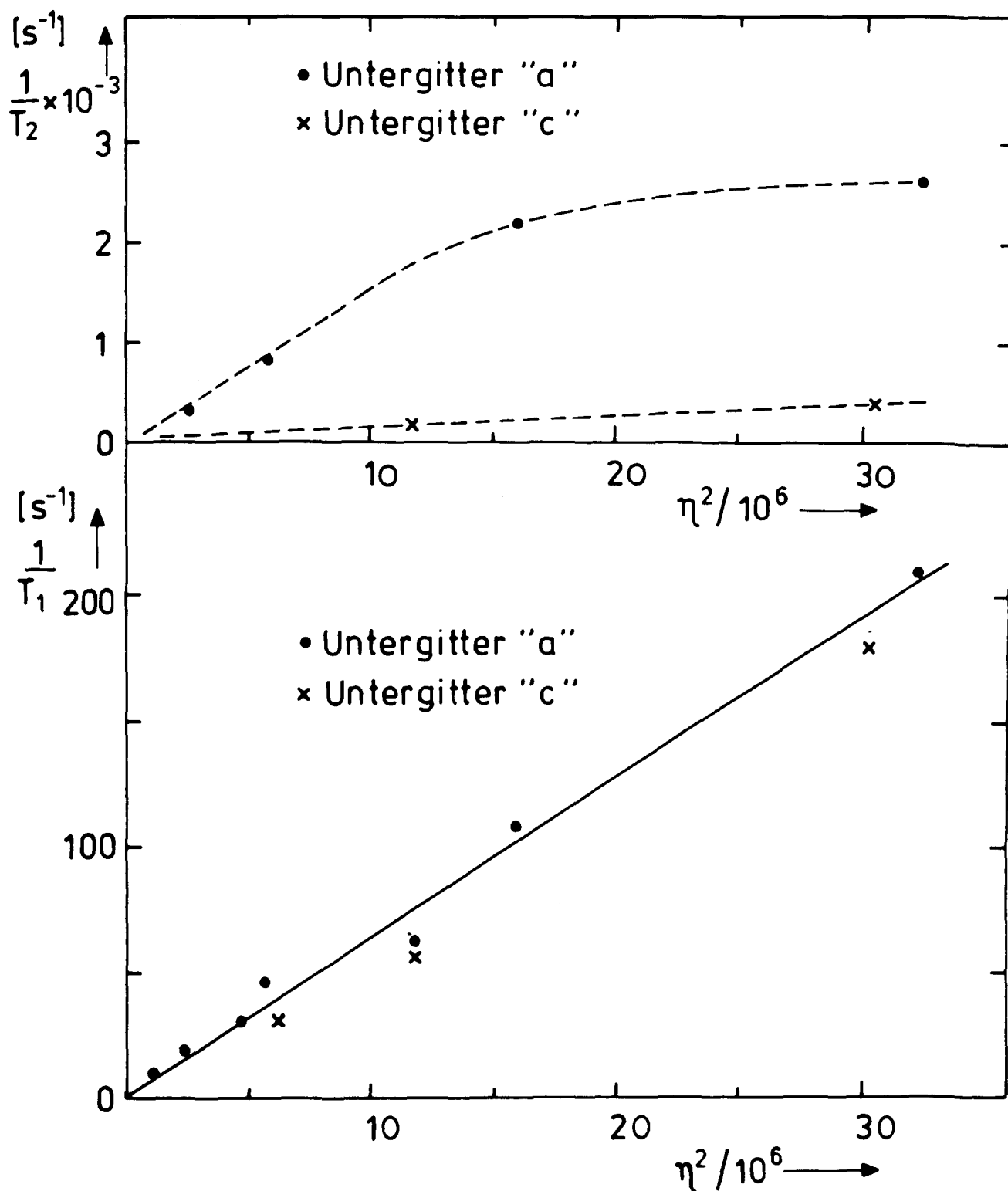


Abb. 6.4 Abhängigkeit der Relaxationsstärke $1/T_2^w$ (oben) und $1/T_1^w$ (unten) für die Untergritter "a" und "c" bei 4.2 K.

7. Zusammenfassung

Das Ziel dieser Arbeit ist es, zu untersuchen, welche Information über die Struktur und Bewegung einer Blochwand aus der Kernspin-Resonanz zu gewinnen ist. Die beste Information kann man erhalten, wenn die Resonanzfrequenz anisotrop ist, so daß eine getrennte Messung der verschiedenen Magnetisierungsrichtungen in der Wand möglich ist. Aus diesem Grund haben wir den Bariumferrit für unsere Messungen ausgewählt. Das Untergitter "a" ist besonders für die Untersuchung geeignet, da es eine große Anisotropie und hohe Intensität hat. In Domänen wurde der Verstärkungsfaktor $\mathcal{M}$, Spin-Gitter- und Spin-Spin-Relaxationszeit T_1 und T_2 gemessen, damit aus dem Vergleich dieser Größen mit den entsprechenden Meßergebnissen aus Blochwänden einige Schlussfolgerungen gezogen werden können. Aus der Messung der Abhängigkeit der Frequenz vom Feld für die Untergitter "a" und "c" ergibt sich, daß für beide Linien die Untergittermagnetisierung streng antiparallel ist, dies steht in Widerspruch mit Messungen von Petrov und Kunevich. In dieser Arbeit ist zum ersten Mal der Zusammenhang zwischen $\mathcal{M}$ und der Stelle in der Wand gemessen worden. Der Verlauf des Verstärkungsfaktors konnte mit dem üblichen Modell der 180° Blochwand, das Anisotropie und Austauschenergie berücksichtigt, erklärt werden. Der größte Verstärkungsfaktor beträgt 6000 und ist 300-mal größer als der in Domänen. Dieser Wert ist erheblich kleiner als der abgeschätzte Wert für $\mathcal{M}$ von 8×10^4 unter der Bedingung, daß die Wand dem äußeren Wechselfeld trägheitslos folgen kann. Die Wandmasse und die Bindungskräfte müssen also eine erhebliche Rolle spielen, obwohl die Verschiebung der Wand in dem Wechselfeld nur etwa $1 \text{ }^\circ/\text{oo}$ der Wanddicke und die Geschwindigkeit um etwa 0.1 cm/s beträgt. Der Spin-Gitter-Relaxationsprozeß ist wesentlich stärker in Blochwänden als in Domänen. In dieser Arbeit wurde T_1 als Funktion der Frequenz gemessen. Damit wurde zum ersten Mal der Zusammenhang zwischen T_1 und $\mathcal{M}$ innerhalb einer Blochwand bestätigt; aus diesem Zusammenhang haben wir festgestellt, daß die Spin-Gitter-Relaxation in der Wand durch einen Einmagnonenprozeß entsteht. Andererseits ist auch die Spin-Spin-Relaxationszeit T_2 in Blochwänden viel kürzer als in Domänen; dabei erfolgt

die Kopplung zwischen zwei Fe^{57} -Kernen durch die Anregung und Absorption von Wandoszillationen ähnlich wie bei der Suhl-Nakamura-Wechselwirkung durch die Emission und Absorption von Magnonen in den homogen magnetisierten Bereichen.

Literaturverzeichnis

1. A.M. Portis und A.C. Gossard, J. Appl. Phys. 31, 205 (1960)
2. J.M. Winter, Phys. Rev. 124, No.2, 452 (1961)
3. C.H. Cobb, V. Jaccarino, M.A. Butler, J.P. Remeika und H. Jasuoka, Phys. Rev. B 7, 307 (1973)
4. R.L. Streever, Phys. Rev. 186, 285 (1969)
5. M.P. Petrov und A.V. Kunevich, Bull. Acad. Sci. USSR 35, 1001 (1971)
6. M.P. Petrov und A.V. Kunevich, Sov. Phys. JETP 36, 1184 (1973)
7. Philips Res-Rep 15, 7 (1960)
8. J. Smit und H.P.J. Wijn, Ferrite, Philips Technische Bibliothek 210 (1962)
9. H. Stäblein und J. Willbrand, IEEE Transactions on Magnetics, Vol. Mag-2, No.3 (1966)
10. A.G. Redfield und R.K. Gupta, Advan. Magn. Resonance 5, 82 (1971)
11. G.W. Ludwig und H.H. Woodbury, Phys. Rev. 117, 1286 (1960)
12. S. Chikasumi, Physics of Magnetism, Wiley, 260 (1964)
13. M.A. Butler, Int. J. Magnetism, 4, 131 (1973)
14. E.A. Turov, A.P. Tankeev und M.I. Kurkin, Bull. of the Academy of Sciences of the USSR Physics Series, 34, No. 5 (1970)
15. Krupička, Physik der Ferrite und der verwandten magnetischen Oxyde, Vieweg, 597 (1963)
16. J.B. Stearns und J.F. Ullrich, Phys. Rev. B 4; No. 11, 3825 (1971)
17. M.B. Stearns und A.W. Overhauser, J. of Applied Physics 39, No. 2, 440 (1968)
18. S.M. Myers, H. Meyer und J.P. Remeika, J. Phys., chem. Solids 30, 2687 (1969)
19. C. Robert und J.M. Winter, Proceedings of the XIth Colloque Ampère, Eindhoven (1962)
20. E.A. Turov und M.P. Petrov, Nuclear Magnetic Resonance in Ferro- and Antiferromagnets, Wiley, 61 (1972)