

## ШИРОКОПОЛОСНЫЙ СПЕКТРОМЕТР ДЛЯ Я.М.Р.-ИССЛЕДОВАНИЙ

© 2011 г. А. Ю. Семанин\*, \*\*, Г. Д. Соколов\*, \*\*, А. М. Тихонов\*

\*Институт физических проблем им. П.Л. Капицы РАН

Россия, 119334, Москва, ул. Косыгина, 2

E-mail: tikhonov@kapitza.ras.ru

\*\*Московский физико-технический институт

Россия, 141700, Долгопрудный Московской обл., Институтский пер., 9

Поступила в редакцию 30.07.2010 г.

Описана конструкция широкополосного спектрометра дециметрового диапазона (200–900 МГц) с индукцией магнитного поля до  $\sim 10$  Тл, предназначенного для исследования при низких температурах (4.2–1.3 К) электронно-ядерных колебаний в антиферромагнетиках. По я.м.р.-спектру  $^{55}\text{Mn}^{2+}$  определено значение критического поля  $H_c = 2.5 \pm 0.3$  Тл переориентационного перехода в неколлинеарном антиферромагнетике  $\text{Mn}_3\text{Al}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  при температуре  $T \approx 1.3$  К.

Особенностью резонансных свойств антиферромагнетиков с магнитными ионами  $^{55}\text{Mn}^{2+}$  (100% изотопный состав) при температурах  $T \sim 1$  К является корреляция колебаний ядер с колебаниями электронной системы, приводящая к сильной частотно-полевой зависимости спектра ядерного магнитного резонанса (я.м.р.) или к динамическому сдвигу его частоты [1–3]. В легкоплоскостных антиферромагнетиках с линейной по полю модой антиферромагнитного резонанса (например,  $\text{MnCO}_3$ ) динамический сдвиг частоты я.м.р. наблюдается в магнитных полях до  $H \approx 0.5$  Тл [4]. В неколлинеарных антиферромагнетиках (например,  $\text{CsMnBr}_3$ ), взаимодействие электронных и ядерных колебаний происходит в более значительном интервале магнитных полей ( $\sim 4$  Тл) [5, 6].

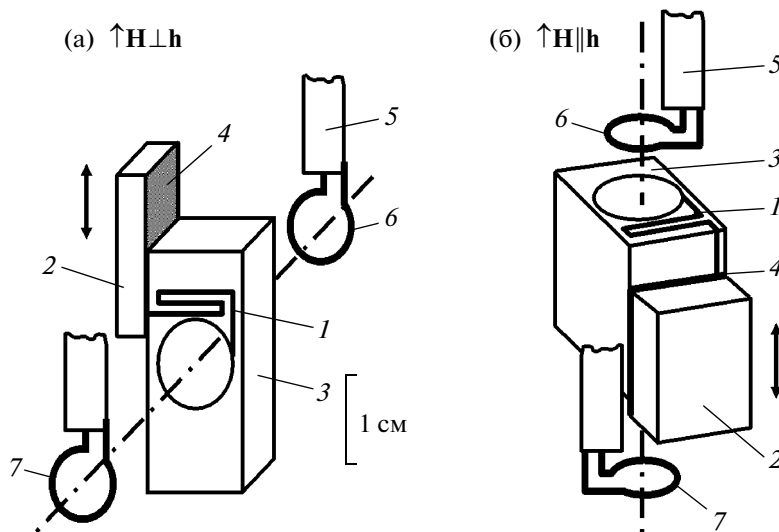
Спектр я.м.р. магнитных ионов содержит информацию о структуре основного состояния антиферромагнетика, о фазовых переходах в нем и о его низкочастотной спиновой динамике [7]. Диапазон частот, в котором обычно регистрируется спектр я.м.р., составляет 200–700 МГц. Большая частота резонанса ( $\gamma_n H_n \sim 600$ –700 МГц) в магнитоупорядоченных веществах с ионами  $\text{Mn}^{2+}$  обусловлена огромным значением среднего локального поля на ядре ( $H_n \sim 60$  Тл), которое определяется, в основном, сверхтонким взаимодействием спинов ядра и иона (для  $^{55}\text{Mn}$  гиромагнитное отношение  $\gamma_n \approx 10.6$  МГц/Тл). Интенсивность сигналов я.м.р. определяется, главным образом, эффектом усиления на ядре радиочастотного поля поперечной составляющей сверхтонкого поля [8], что делает возможным наблюдение сигналов я.м.р. при поляризации внешнего радиочастотного поля  $\mathbf{h} \parallel \mathbf{H}$  [9, 10].

Для удовлетворения требований широкополосных измерений удобно использовать схему не-

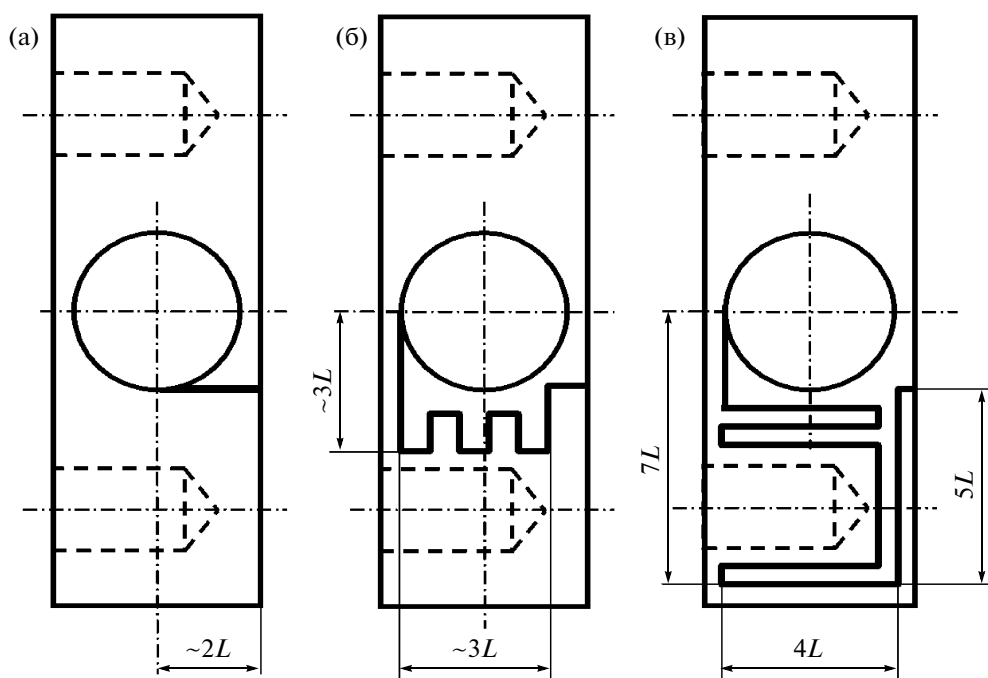
прерывного я.м.р. с высокочастотным перестраиваемым резонатором [11]. В этой работе представлена конструкция спектрометра дециметрового диапазона длин волн  $\lambda$  (30–100 см), являющаяся модернизацией описанного ранее прибора [5, 6]: в нем аналоговая система автоподстройки частоты заменена цифровой, а также использован принципиально новый резонатор.

Широкополосность спектрометра обеспечивается, в первую очередь, перестраиваемыми резонансными системами двух типов. Первая сконструирована на основе разработанной нами ранее модификации резонатора типа “разорванное кольцо” (split-ring) [12]. Эскиз ее конструкции изображен на рис. 1. Корпус резонатора на рис. 1а представляет собой параллелепипед  $10 \times 30 \times 8$  мм (на рис.  $16.8 \times 20 \times 11$  мм), изготовленный из бескислородной меди. Индуктивностью в “разорванном кольце” служит сквозное отверстие  $\varnothing 8$  мм, а емкостью — узкая щель (величина зазора  $\sim 0.1$  мм) в корпусе резонатора. Длина щели  $L_0$  задает собственную частоту резонатора  $\nu_0$ , так как  $\nu_0 \sim L_0^{-1/2}$ .

Для перестройки частоты спектрометра в диапазоне  $\sim 200$ –900 МГц используются три “разорванных кольца” с различной геометрией щели 1, в которую, для тонкой настройки собственной частоты, помещаются пластинки слюды толщиной  $\sim 50$ –100 мкм (см. рис. 2). Перемещающая медную пластину 2, можно менять емкость между пластиной и резонатором 3 (изолятор 4 — полиэтилентерефталатная пленка толщиной 5–10 мкм), что используется для перестройки резонансной частоты системы. С.в.ч.-мощность подводится коаксиальной линией 5. Индуктивная связь с резонатором осуществляется с помощью петель связи, одна из которых передающая б, а



**Рис. 1.** Поляризация радиочастотного поля в резонансной системе “разорванное кольцо”. 1 – узкая щель, 2 – медная пластина, 3 – резонатор, 4 – полиэтилентерефталатная пленка, 5 – коаксиальная линия, 6, 7 – витки связи.

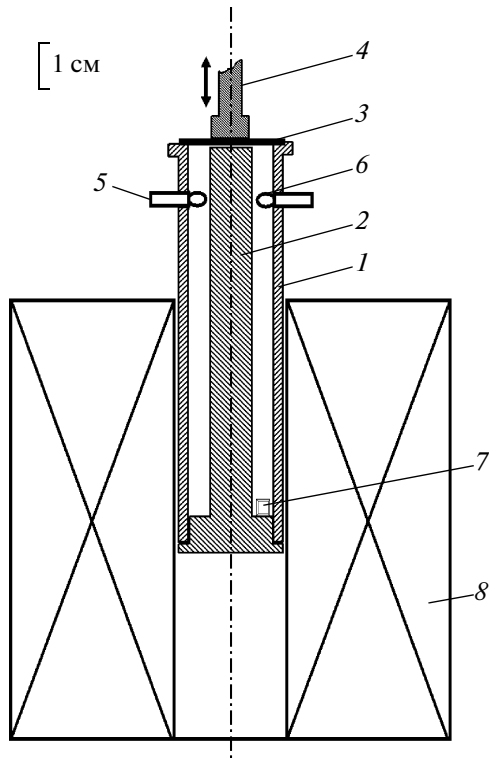


**Рис. 2.** Геометрические параметры щелей в резонаторах “разорванное кольцо” (поляризация  $h \perp H$ ) с собственной частотой  $\nu_0$ : а –  $\sim 900$  МГц; б –  $\sim 450$  МГц; в –  $\sim 250$  МГц. Диаметр сквозного отверстия составляет 8 мм,  $L = 2$  мм.

другая приемная 7. Витки связи  $\varnothing \sim 5$  мм располагаются на расстоянии  $\sim 5$  мм от граней резонатора (слабая связь). Нагруженная добротность резонансной системы в исследуемом диапазоне зависит от частоты и при температуре жидкого гелия варьируется от 200 до 400. В зависимости от ориентации оси резонатора относительно магнитного поля  $H$  (см. рис. 1), можно проводить

эксперименты при двух поляризациях радиочастотного поля  $h$ : а –  $h \perp H$ , б –  $h \parallel H$ .

Резонансная система второго типа в отличие от первой имеет значительно большую добротность  $\sim 3000$  (см. рис. 3). Она сконструирована на основе закрытого резонатора, представляющего собой закороченную коаксиальную линию длиной 100 мм ( $\sim \lambda/4$ ). Коаксиальный резонатор со-

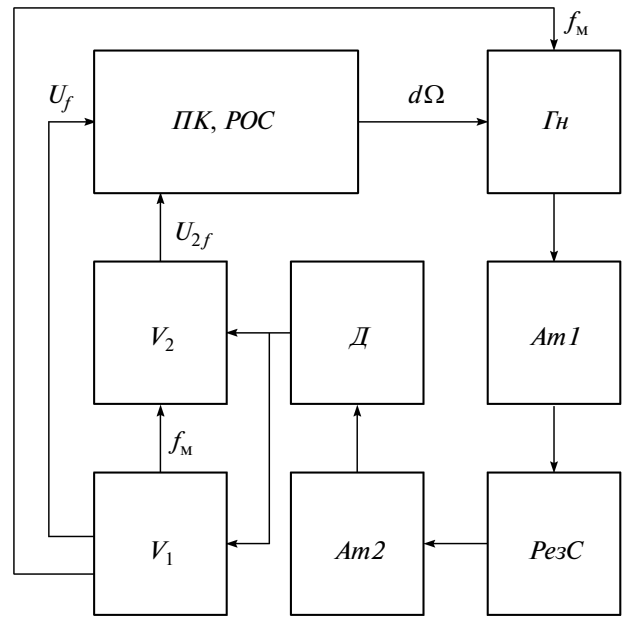


**Рис. 3.** Низкотемпературная часть я.м.р.-спектрометра с коаксиальным резонатором. 1 – стенки резонатора, 2 – сердечник, 3 – мембрана, 4 – шток, 5 – коаксиальная линия, 6 – виток связи, 7 – образец, 8 – соленоид.

стоит из медного цилиндра 1 ( $\varnothing_{\text{внут}} 20$  мм), медного сердечника 2 ( $\varnothing 8$  мм) и бронзовой мембраны 3 толщиной 0.2 мм. Между сердечником и мембраной имеется узкий зазор (0.2–0.5 мм), величину которого можно менять, оказывая давление на мембрану при помощи штока 4. Связь с резонатором осуществляется с помощью коаксиальных линий 5 через отверстия  $\varnothing 2$  мм в стенке цилиндра.

В коаксиальном резонаторе линии радиочастотного магнитного поля представляют собой концентрические окружности с центром, лежащим на оси резонатора. Амплитуда этого поля принимает минимальное значение на мембране, а максимальное на нижней стенке резонатора. Плоские витки связи 6 ориентируются в радиальном направлении перпендикулярно силовым линиям радиочастотного магнитного поля в верхней части резонатора, где его амплитуда мала, и можно организовать достаточно слабую связь.

Внешнее магнитное поле прикладывается вдоль оси резонатора. Кристаллический образец 7 помещается на дно резонатора в максимуме радиочастотного и постоянного магнитного поля ( $\mathbf{h} \perp \mathbf{H}$ ), которое создается с помощью сверхпроводящего соленоида 8 ( $\varnothing_{\text{внеш}} 80$  мм,  $\varnothing_{\text{внут}} 25$  мм). Критический ток соленоида составляет  $\sim 67$  А при макси-



**Рис. 4.** Блок-схема спектрометра. Все приборы интегрированы в единый контрольно-измерительный комплекс в среде графического программирования LabVIEW (National Instruments). РезС – резонансная система, Гн – с.в.ч.-генератор, Д – квадратичный детектор,  $V_1$ ,  $V_2$  – фазочувствительные вольтметры, Am1, Am2 – аттенюаторы, ПК – персональный компьютер, ПОС – регулятор обратной связи, вычисляющий поправку  $d\Omega$  к несущей частоте генератора,  $f_M$  – сигнал модуляции,  $U_f$  – сигнал 1-ой гармоники,  $U_{2f}$  – сигнал 2-ой гармоники.

мальной индукции  $\sim 9.7$  Тл. Напряженность магнитного поля в эксперименте определяется по величине тока, выдаваемого биполярным источником питания (Cryomagetics-4G-100). Расчетная неоднородность поля в центре соленоида составляет  $\pm 0.1\%$  в  $1 \text{ см}^3$ .

Вся конструкция находится в гелиевой ванне (стеклянный сосуд Дьюара с  $\varnothing_{\text{внут}} 90$  мм). Ее температура контролируется с помощью регулятора давления равновесного насыщенного пара гелия  $^4\text{He}$  с точностью не хуже  $\pm 0.05$  К.

При температуре жидкого гелия собственную частоту системы с коаксиальным резонатором можно варьировать в пределах  $\sim 600$ – $625$  МГц, а  $\nu_0$  системы “разорванное кольцо” с резонатором, изображенным на рис. 2а, можно перестраивать в диапазоне  $\sim 900$ – $500$  МГц.

При увеличении магнитного поля до максимальных значений стабильность частоты резонансной системы первого типа составляет  $\sim 0.1$  МГц, в то время как второй тип резонансной системы позволяет фиксировать частоту в эксперименте с точностью  $\sim 10$  кГц – это, по-видимому, связано с большей механической жесткостью коаксиального резонатора.

Блок-схема спектрометра изображена на рис. 4. Частота с.в.ч.-генератора  $Gh$  (Agilent N9310A) модулируется низкой частотой ( $f_M = 25$  кГц) вспомогательного генератора фазочувствительного вольтметра  $V_1$  (lock-in SR 830). Глубина частотной модуляции 0.1 МГц (максимальная девиация частоты, разрешаемая генератором) значительно меньше типичной ширины линии я.м.р., которая обычно составляет  $>1$  МГц. Для стабилизации частоты генератора на вершине резонансного пика используется система автоматической подстройки частоты (а.п.ч.), настроенная на нуль амплитуды первой гармоники модуляции. Система а.п.ч. включает в себя синхронный детектор и цифровую систему слежения, работающую в среде графического программирования LabView (National Instruments). При расстройке частоты генератора от собственной частоты резонатора на детекторе  $D$  (планарный диод) появляется сигнал  $U_f$  на частоте модуляции (первая гармоника) с фазой, зависящей от знака рассогласования. Амплитуда этого сигнала, зарегистрированная фазочувствительным вольтметром  $V_1$ , в первом приближении пропорциональна величине рассогласования частоты генератора от собственной частоты резонансной системы  $РезС$ . Цифровая система слежения использует продетектированный сигнал рассогласования для вычисления величины поправки  $d\Omega$  к несущей частоте с.в.ч.-генератора следующим образом:

$$d\Omega = \alpha P \left( U_f + I \int_0^t U_f dt + D \frac{dU_f}{dt} \right), \quad (1)$$

где  $P$ ,  $I$  и  $D$  – параметры обратной связи, зависящие от температуры, добротности и других факторов. Их значения подбираются вручную и обычно  $P \gg I, D$ . Константа  $\alpha$  определяется значением второй производной амплитудно-частотной характеристики системы в вершине резонансного пика на частоте модуляции.

Для сглаживания амплитудно-частотной характеристики подводящего высокочастотного тракта на входе и выходе низкотемпературной части спектрометра устанавливаются развязывающие аттенюаторы  $Am1$  (10 дБ) и  $Am2$  (3 дБ). Выходная мощность с.в.ч.-генератора составляет 0.1 Вт. Регистрация поглощения в резонансном тракте производится по изменению амплитуды сигнала второй гармоники  $U_{2f}$  при помощи второго фазочувствительного вольтметра  $V_2$  (lock-in SR 830).

Спектрометр позволяет производить измерения в двух режимах: сканированием величины магнитного поля при фиксированной частоте генератора; сканированием частоты при фиксированном магнитном поле. Необходимость в этом режиме обусловлена слабой зависимостью частот я.м.р. от поля при отсутствии динамического сдвига частоты. К сожалению, из-за невысокого

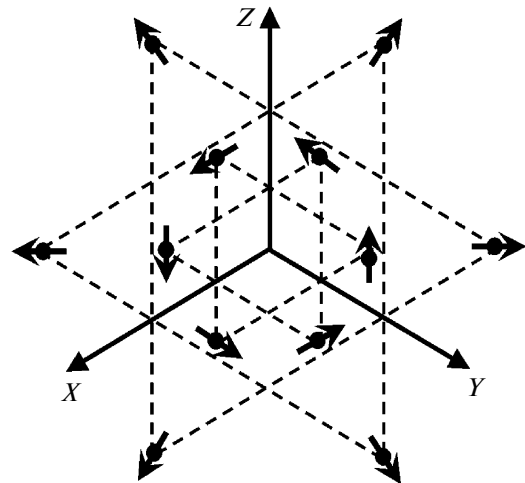


Рис. 5. Магнитная структура неколлинеарного антиферромагнетика  $Mn_3Al_2Ge_3O_{12}$ .

быстродействия цифровой а.п.ч. ( $\sim 10$  Гц) не удалось задействовать этот режим работы спектрометра в полной мере.

С помощью спектрометра мы исследовали переориентационный фазовый переход в кубическом кристалле ( $O_h^{10}$ ) марганцевого граната  $Mn_3Al_2Ge_3O_{12}$ , который является неколлинеарным 12-подрешеточным антиферромагнетиком с температурой Нееля  $T_N = 6.8$  К (см. рис. 5). Согласно нейтронографическим исследованиям, в магнитоупорядоченном состоянии магнитные моменты  $Mn^{2+}$  лежат в плоскости (111) и направлены вдоль или против осей [211], [121], [112]. Таким образом реализуется неколлинеарное треугольное 12-подрешеточное антиферромагнитное упорядочение [13]. Если магнитное поле приложено вдоль направления [001], происходит такой поворот спиновой плоскости, что в полях  $H_c \approx 3$  Тл она ориентируется перпендикулярно полю.

На рис. 6 показаны примеры записей я.м.р.-спектров  $h \perp H$  в монокристалле  $Mn_3Al_2Ge_3O_{12}$  при  $T \approx 1.3$  К и  $H \parallel [001]$ : 1 – 604.4 МГц (коаксиальная резонансная система); 2 – 472.3 МГц (резонансная система “разорванное кольцо”). На всех сканах наблюдается минимум при  $H_c = 2.5 \pm 0.3$  Тл, соответствующий полю фазового перехода. Возникновение такой широкой по частоте линии поглощения, по-видимому, обязано взаимодействию с низкочастотной ветвью антиферромагнитного резонанса [14]. Значение критического поля  $H_c$  переориентационного перехода при  $T \approx 1.3$  К находится в согласии с данными измерения намагниченности [15]. Поглощение в окрестности  $H \approx 0$  на скане 2 наблюдается на частотах ниже 600 МГц и проявляет сильное гистерезисное поведение. По-видимому, оно свидетельствует об исчезновении антиферромагнитных доменов в объ-

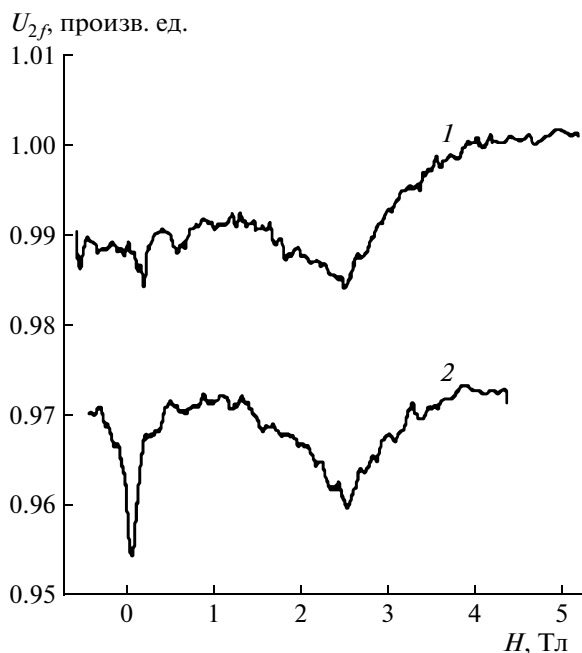


Рис. 6. Примеры записей я.м.р.-спектров при  $\mathbf{h} \perp \mathbf{H}$  в монокристалле  $\text{Mn}_3\text{Al}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  при  $\approx 1.3$  К и  $\mathbf{H} \parallel [001]$ : 1 – 604.4 МГц, коаксиальная резонансная система; 2 – 472.3 МГц, резонансная система “разорванное кольцо”.

еме образца. В своих дальнейших экспериментах мы планируем получить более детальную информацию об эволюции магнитной структуры и низкочастотной спиновой динамики  $\text{Mn}_3\text{Al}_2\text{Ge}_3\text{O}_{12}$  в магнитном поле.

Авторы выражают благодарность Б.В. Милю за предоставление монокристалла марганцевого

граната, а также признательны А.И. Клееву и В.И. Марченко за полезные обсуждения.

Работа частично выполнена при содействии РФФИ (грант 090212341).

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. *De Gennes P.G., Pincus P., Hartmann-Bourtron F., Winter J.M.* // Phys. Rev. 1963. V. 129. P. 1105.
2. *Туров Е.А., Петров М.П.* Я.М.Р. в ферро- и антиферромагнетиках. М.: Наука, 1969.
3. *Куркин М.И., Туров Е.А.* Я.М.Р. в магнитоупорядоченных веществах и его применение. М.: Наука, 1990.
4. *Боровик-Романов А.С., Тулин В.А.* // Письма в ЖЭТФ. 1965. Т. 1/5. С. 18.
5. *Боровик-Романов А.С., Петров С.В., Тихонов А.М., Думеш Б.С.* // ЖЭТФ. 1998. Т. 86. С. 197.
6. *Тихонов А.М.* Дис. ... канд. физ.-мат. наук. М.: ИФП, 1998. 114 с.
7. *Марченко В.И., Тихонов А.М.* // Письма в ЖЭТФ. 1999. Т. 69. С. 41.
8. *Боровик-Романов А.С., Буньков Ю.М., Думеш Б.С.* // УФН. 1984. Т. 27. С. 235.
9. *Думеш Б.С., Куркин М.И., Петров С.В., Тихонов А.М.* // ЖЭТФ. 1999. Т. 88. С. 1221.
10. *Tikhonov A.M., Petrov S.V.* // Phys. Rev. B. 2000. V. 61. P. 9629.
11. *Думеш Б.С.* // ПТЭ. 1986. № 1. С. 136.
12. *Hardy W.N., Whitehead L.D.* // Rev. Scien. Instrum. 1981. V. 52. P. 213.
13. *Prandl* // Phys. Stat. Sol. 1973. V. B55. P. K159.
14. *Прозорова Л.А., Марченко В.И., Красняк Ю.В.* // Письма в ЖЭТФ. 1985. Т. 41. С. 522.
15. *Казей З.А., Колмакова Н.П., Леванидов М.В. и др.* // ЖЭТФ. 1987. Т. 92. С. 2277.