

Univerzita Karlova v Praze
Matematicko-fyzikální fakulta

DIPLOMOVÁ PRÁCE



Pavel Brom

Optické a magnetooptické vlastnosti magnetických oxidů

Fyzikální ústav

Vedoucí diplomové práce: doc. RNDr. Miroslav Kučera, CSc.

Studijní program: Fyzika

Studijní obor: Optika a optoelektronika

2009

Děkuji vedoucímu své diplomové práce panu doc. RNDr. Miroslavu Kučerovi, CSc., za cenné připomínky, odborné a metodické rady a přístup, které mi pomohly splnit všechny úkoly diplomové práce, a za pestrou sadu předložených vzorků k měření, jež mi umožnily nahlédnout do různých systémů magnetooptických materiálů, seznámit se s jejich popisem a ovlivněním polarizovaného světla a rozšířit obzory o tuto oblast fyziky. Dále děkuji doc. RNDr. Jiřímu Bokovi, CSc., autorovi původního softwaru ke sběru měřených dat, jehož některé procedury jsem využil, příp. upravil, za pomoc a rady při řešení automatizace aparatury a rovněž spolužákovi Martinu Dekarovi, studentu informatiky, za metodický úvod do programování ve vývojovém prostředí MS Visual Studio a za cenné rady, tipy a pomoc, které mi (jako úplnému začátečníkovi) pomohly naučit se programovat v jazyku Visual Basic, řešit problémy s připojením nového hardwaru a spolehlivě odladit kód. Nakonec děkuji své rodině a přátelům za všestrannou podporu.

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

V Praze dne

Pavel Brom

Obsah

1	Úvod	5
1.1	Motivace	5
1.2	Magnetooptické jevy a základní veličiny	6
2	Teorie MO jevů – FR a MCD	10
2.1	Mikroskopické představy	10
3	Měření FR a MCD	13
3.1	Principy a metody měření	13
3.2	Optická aparatura	15
3.3	Automatizace aparatury	18
3.4	Postup a zásady měření	22
3.5	Zpracování dat před interpretací	25
4	Měřené vzorky	27
4.1	Popis vzorků	27
4.2	Teorie pro interpretaci měření	32
4.3	Výsledky měření a interpretace	35
4.4	Diskuse	60
5	Závěr	61
	Literatura	62
6	Přílohy	63
6.1	Seznam modulátorů a dalších optických členů	63
6.2	Zdrojový kód a komentář algoritmu automatické úpravy signálu	64
6.3	Zdrojový kód a komentář algoritmu SMART	68
6.4	Ukázka z prokládání spektra FR a MCD (znázornění příspěvků)	69

Název práce: Optické a magnetooptické vlastnosti magnetických oxidů

Autor: Bc. Pavel Brom

Katedra (ústav): Fyzikální ústav UK

Vedoucí diplomové práce: doc. RNDr. Miroslav Kučera, CSc.

E-mail vedoucího: miroslav.kucera@mff.cuni.cz

Abstrakt: V předložené experimentální práci se zabýváme měřením a interpretací spekter Faradayovy rotace (FR) a magnetického kruhového dichroismu (MCD) tenkých vrstev jednak a) měďnatých feritů připravených RF naprašováním a následně stabilizovaných teplotním zpracováním ve dvou krystalografických strukturách (tetragonální a kubické), jednak b) železitých granátů s příměsí bismutu a galia připravených metodou kapalně epitaxe. U železitých granátů byla zkoumána FR při pokojové teplotě ve viditelné a infračervené (IR) oblasti spektra, přičemž FR odpovídá diamagnetickému profilu čáry a ve viditelné oblasti dosahuje vysokých hodnot. U měďnatých feritů díky magnetooptickým metodám bylo při nízkých teplotách v IR oblasti pozorováno jemné štěpení v paramagnetických přechodech tetraedrických Cu^{2+} iontů. Zároveň byly navrženy algoritmy pro maximální možnou automatizaci aparatury pro měření spekter FR, resp. MCD metodou rotujícího polarizátoru, resp. rotující fázové destičky.

Klíčová slova: Faradayova rotace, magnetický kruhový dichroismus, automatizace měření, měďnatý ferit, železitý granát, dopování bismutem a galiem

Title: Optical and magneto-optical properties of magnetic oxides

Author: Bc. Pavel Brom

Department: Institute of Physics

Supervisor: doc. RNDr. Miroslav Kučera, CSc.

Supervisor's e-mail address: miroslav.kucera@mff.cuni.cz

Abstract: In the present experimental work we study Faraday rotation (FR) and magnetic circular dichroism (MCD) spectra of thin films of a) RF sputtered copper ferrites stabilized by the post-deposition heat treatment in two different crystallographic structures (tetragonal and cubic), b) bismuth and gallium substituted iron garnets prepared by the liquid phase epitaxy method. With iron garnets we have measured FR and MCD spectra at room temperatures in the visible and infrared (IR) region, where we have observed diamagnetic-shape profile and high values of FR in the visible region. With copper ferrites the magneto-optical methods in the IR region at low temperatures have enabled to study fine splittings of the paramagnetic transitions of the tetrahedral Cu^{2+} ions. We have developed algorithms for as much as possible automatization of measurements of FR and MCD spectra using a rotating polarizer or a rotating quarter-wave-plate method.

Keywords: Faraday rotation, magneto-circular dichroism, automatization of measurement, copper ferrite, iron garnet, bismuth and gallium substitution

Kapitola 1

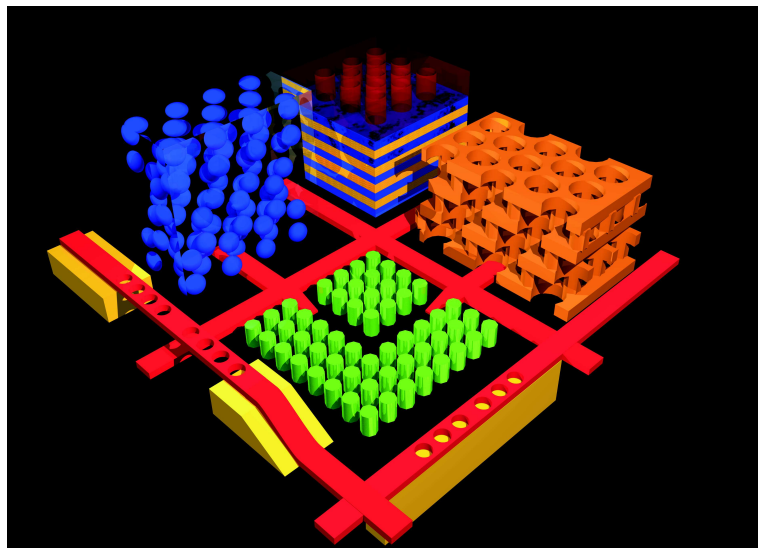
Úvod

1.1 Motivace

Žijeme v době prudkého rozvoje technologií, zejména elektroniky, která ovšem naráží na zásadní technické problémy a překážky, jako např. nutnost uchládit zmenšující se integrované obvody kvůli jouleovskému teplu aj. Optoelektronika, zejména pak fotonika nabízí řešení nahradit řízený tok elektronů regulovaným tokem fotonů (ve fotonice předpokládáme ovlivnění chodu světla světlem samotným), nicméně je náročnou výzvou realizovat využití příslušných jevů v technice, resp. přenést rozměrnější experimenty vyžadující vyšší výkony laserů z laboratoří do malých technických zařízení.

Tato práce se věnuje základnímu výzkumu využití magnetického pole na ovlivnění stavu světla a v tomto rámci zkoumá vhodné a nadějně systémy, tzv. magnetické oxidy a jejich magnetooptické (dále jen MO) vlastnosti. Obr. 1.1 převzatý z titulní strany knihy [1] nastiňuje vizi uplatnění fotonických krystalů v nové technice: Různými systémy, materiály s vhodným uspořádáním atomů, prochází částice světla fotony, které nesou informaci, jež má být zpracována. Naše úsilí má za konečný cíl doplnit strukturu o regulovatelný zdroj magnetického pole a vhodný MO materiál, který nesenou informaci rovněž ovlivní. Z fotonických krystalů se tak stanou magnetofotonické krystaly.

Pro úplnost dodejme, že MO jevy již dávno našly technologické uplatnění v praxi: běžně se používají Faradayovy rotátory, optické izolátory či optické ventily, zeemanovský laser s možností v úzkém intervalu ladit frekvenci změnou intenzity magnetického pole a magnetooptické modulátory, které mohou zejména v IR oblasti konkurovat elektrooptickým modulátorům (kvůli závislosti na vlnové délce světla, podle [2], str. 234). Výčet základních MO jevů je uveden v dalším odstavci. Využití studovaných magnetických oxidů pro magnetofotonické aplikace má významnou perspektivu pro budoucnost.



Obrázek 1.1: Vize uplatnění fotonických krystalů (převzato z [1]). Integrované obvody s klasickými vodivými cestami pro elektrony jsou doplněny o vhodné magnetooptické materiály a fotonické krystaly, jimiž se šíří fotony nesoucí informaci. Materiály mohou mít nejrůznější krystalografickou strukturu a ovlivňují (zpracovávají) informaci přenášenou světlem.

1.2 Magnetooptické jevy a základní veličiny

Magnetooptika (podle [2]) je podoborem optiky, který se zabývá jevy souvisejícími s působením magnetického pole na emisi, absorpci a šíření optického záření v látce. Pro tyto jevy je významná symetrie látek, neboť většina MO jevů je spojena s rozštěpením energetických hladin (sejmutím degenerace) kvantových soustav umístěných do magnetického pole.

Magnetické pole popisuje intenzita magnetického pole \mathbf{H} daná mj. proudem protékajícím elektromagnetem, lépe však magnetická indukce $\mathbf{B} = \mu\mathbf{H}$, závislá na materiálové charakteristice – tenzoru magnetické permeability μ , ne-

boť indukce \mathbf{B} je přímo svázána s magnetickou silou. Elektromagnetické (dále jen elmg.) záření charakterizuje vlnová délka λ , popř. frekvence $f = c/\lambda$, resp. úhlová frekvence $\omega = 2\pi c/\lambda$, kde rychlost c šíření záření v látce je dána inde-
xem lomu n prostředí. Kvantum záření (foton) nese energii $E = hf = \hbar\omega$, kde Planckova konstanta $h \doteq 6,63 \cdot 10^{-34}$ J·s a tzv. redukovaná Planckova konstanta $\hbar = h/(2\pi) \doteq 1,06 \cdot 10^{-34}$ J·s.

Teoretickým popisem magnetooptických vlastností studovaných magnetických oxidů se budeme zabývat ve 4. kapitole společně s popisem systémů a interpretací naměřených spekter.

K základním MO jevům patří:

- Faradayův jev
objevený M. Faradayem v roce 1845 [3] a představující otáčení roviny polarizace elmg. záření šířícího se látkou v důsledku přítomnosti magnetického pole, jehož siločáry jsou rovnoběžné se směrem šíření světla (na rozdíl od přirozené optické aktivity, která souvisí s asymetrií molekul). Tímto a následujícím jevem se budeme zabývat dále.
- Faradayova elipticita,
jev doplňující Faradayovu rotaci při téže orientaci pole, kdy při šíření elmg. záření v látce umístěné v magnetickém poli obecně dochází ke změně parametrů polarizační elipsy popisujících polarizované světlo.
- Zeemanův jev,
pozorovaný v r. 1896 P. Zeemanem u sodíkového dubletu [3], kdy magnetické pole způsobí rozštěpení energetické hladiny E_n o $\Delta E_n = \mu_B B m$, kde $\mu_B \doteq 9,27 \cdot 10^{-24}$ A·m² je Bohrův magneton, n je hlavní kvantové číslo a m magnetické kvantové číslo popisující stav atomu v systému. Jelikož magnetické kvantové číslo m se při přechodu může měnit jen o 0 a ± 1 , dochází při emisi záření atomem k rozštěpení spektrální čáry na tři komponenty s odpovídajícími energiemi $E_0 - \Delta E$, E_0 a $E_0 + \Delta E$.
- Cottonův-Moutonův (rovněž Voigtův) jev
(1902 Voigt pro páry, 1907 Cotton a Mouton pro kapaliny, podle [3]) představující lineární magnetický dvojlom, kdy rychlost šíření záření v látce závisí na směru kmitů elmg. záření: mimořádný paprsek (index lomu n_e) s rovinou polarizace ve směru intenzity magnetického pole \mathbf{H} postupuje pomaleji než paprsek řádný (index lomu n_o), jehož polarizační rovina je kolmá na \mathbf{H} . Pro rozdíl indexů lomů platí

$$n_e - n_o = C\lambda H^2,$$

kde Cottonova-Moutonova konstanta C je velmi malá a vyžadující silná pole, proto tento jev nenašel v praxi uplatnění.

- Magnetooptický Kerrův jev označuje projev optické anizotropie při *odrazu* od povrchu vzorku umístěného v magnetickém poli.

Zvláštností MO jevů (podle [2], str. 234) je skutečnost, že v magnetickém poli kromě obvyklé lineární optické anizotropie typické pro prostředí, kde působí elektrické pole, vzniká anizotropie kruhová, neboť kruhová symetrie odpovídá symetrii magnetického pole. Dva smysly rotace v rovině kolmé ke směru vektoru intenzity magnetického pole \mathbf{H} nejsou ekvivalentní. Budeme tedy studovat chování levotočivě (L, LCP, $-$) a pravotočivě (R, RCP, $+$) kruhově polarizovaného světla, neboť tyto mody odpovídají vlastním modům materiálového systému umístěného v magnetickém poli. Dva základní případy, resp. konfigurace (geometrie) jsou:

1. Voigtova geometrie – záření se šíří kolmo na směr \mathbf{H} .

Vzniká tzv. magnetický lineární dichroismus, kdy:

- komponenty světla lin. polarizovaného (LP) rovnoběžně a kolmo k \mathbf{H} se absorbují různě;
- rozdíl indexů lomu se projeví jako lineární magnetický dvojlom – viz Cottonův-Moutonův (též Voigtův) jev popsany výše.

2. Faradayova geometrie – záření se šíří ve směru \mathbf{H}

Pozorujeme tzv. magneto-kruhový dichroismus (zkr. MCD), kdy:

- LCP a RCP komponenty se absorbují různě;
- rozdíl indexů lomu LCP a RCP se projeví jako magnetický kruhový dvojlom;
- rovina monochromatického LP světla se stáčí – tj. Faradayův jev.

Tyto polarizační jevy závisejí na vlnové délce záření, rozštěpení spektrálních čar vede k rozšíření disperzních křivek, tzn. závislosti $n(\lambda)$.

S dostupnými prostředky můžeme poměrně přesně měřit úhel stočení roviny lineárně polarizovaného (LP) světla – tzn. Faradayovu rotaci (FR) – a s využitím čtvrtvlnných destiček na převod LP–CP (a zpět) též elipticitu čili magneto-kruhový dichroismus (MCD) v uspořádání Faradayovy geometrie (viz výše). Nadále se budeme zabývat jen těmito jevy (FR a MCD), které zahrnují několik výhod:

- S využitím statistiky a nezbytné komutace magnetického pole je možné přímo měřit FR a MCD s vysokou přesností.

- Měření je pro vzorky nedestruktivní.
- Měření v průchodu umožňuje zkoumat průhledné vzorky ve formě tenkých vrstev a není závislé na povrchové úpravě vzorků (na rozdíl od metod v odrazu).

Cílem této experimentální práce je měření a interpretace spekter FR a MCD pro dvě skupiny vzorků: jednak tenké vrstvy lutecio-železitých granátů s příměsí bismutu a také galia ($\text{Bi}_x\text{Lu}_{3-x}\text{Ga}_y\text{Fe}_{5-y}\text{O}_{12}$, připravené metodou LPE), jednak železité ferity (CuFe_2O_4) připravené RF naprašováním s následným teplotním zpracováním za účelem získat dvě stabilní krystalografické struktury (kubickou a tetragonální). Příprava epitaxních granátových vrstev je dobře zvládnuta a tyto materiály se uplatní v nejrůznějších zařízeních (optické izolátory a především magnetofotonické krystaly s rekordními hodnotami FR – podrobněji viz [4] str. 303–311, popř. [3]).

Po seznámení se základní teorií a popisem FR a MCD ve 2. kapitole blíže představíme experimentální metodu a aparaturu (3. kapitola). Ve 4. kapitole bude následovat detailní popis studovaných systémů, nezbytná teorie pro interpretaci výsledků a vlastní výsledky s teoretickými průběhy, komentářem a diskusí.

Kapitola 2

Teorie MO jevů – FR a MCD

2.1 Mikroskopické představy

Šíření elmg. záření opticky izotropním izolátorem (podle [4]) popisují Maxwellovy rovnice

$$\begin{aligned}\nabla \cdot \mathbf{D} &= \rho, & \nabla \cdot \mathbf{B} &= 0, \\ \nabla \times \mathbf{E} &= -\frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t}, & \nabla \times \mathbf{H} &= \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} + \mathbf{J},\end{aligned}$$

kde vektor posuvného proudu $\mathbf{J} = \epsilon_0 \frac{\partial \mathbf{P}}{\partial t}$ [5] je určen jen pohybem elektronů v důsledku polarizace \mathbf{P} a vektory elektrické indukce \mathbf{D} , intenzity el. pole \mathbf{E} , magnetické indukce \mathbf{B} a intenzity mag. pole \mathbf{H} jsou svázány materiálovými vztahy

$$\mathbf{D} = \epsilon \mathbf{E}, \quad \mathbf{B} = \mu \mathbf{H},$$

přičemž v optickém oboru je tenzor magnetické permeability μ prakticky jednotkovou maticí [5], [4] (např. na rozdíl od mikrovlnné oblasti, kdy se uplatní magnetická složka FR) a v této práci se budeme zabývat jen elektronovými příspěvky, jež jsou zahrnuty v tenzoru el. permitivity ϵ ve tvaru ([4] pro železité granáty, [6])

$$\epsilon = \begin{pmatrix} \epsilon_{xx} & \epsilon_{xy} & 0 \\ -\epsilon_{xy} & \epsilon_{xx} & 0 \\ 0 & 0 & \epsilon_{zz} \end{pmatrix}. \quad (2.1)$$

Čtvrtou Maxwellovu rovnici můžeme uvažovat ve tvaru $\nabla \times \mathbf{H} = \epsilon_0 (1 + \alpha) \frac{\partial \mathbf{E}}{\partial t} = \epsilon_0 \epsilon \frac{\partial \mathbf{E}}{\partial t}$ [5], kde tenzor polarizovatelnosti α je definován vztahem $\mathbf{P} = \alpha \mathbf{E}$. Při řešení rovnic ([5], str. 339) pro rovinnou postupnou vlnu $\mathbf{E}(\mathbf{r}, t) = \mathbf{E}_0 e^{i(\mathbf{k} \cdot \mathbf{r} - \omega t)}$ zavedeme komplexní index lomu

$$n = n' + in'', \quad (2.2)$$

kde n' odpovídá reálnému indexu lomu a imaginární část n'' absorpčnímu (extinkčnímu) koeficientu. Pro komplexní index lomu pak platí [5]

$$n^2 E_j - \sum_i \epsilon_{ji} E_i = 0. \quad (2.3)$$

Tento formalismus souvisí s tím, že složky ϵ_{xx} , ϵ_{zz} a ϵ_{xy} v antisymetrickém tenzoru (2.1) jsou komplexní čísla a mimodiagonální ϵ_{xy} je přímo úměrná magnetizaci \mathbf{M} ([5], str. 343), tedy vně pole ($\mathbf{M} = 0$) se tenzor (2.1) stává symetrickým.

Vlastní hodnoty n^2 v (2.3) odpovídající vlastním modům šíření světla materiálem v magnetickém poli (RCP, LCP světlo) pro tvar (2.1) jsou [5]

$$\text{RCP : } n_+^2 = \epsilon_{xx} + i\epsilon_{xy}, \quad (2.4)$$

$$\text{LCP : } n_-^2 = \epsilon_{xx} - i\epsilon_{xy}. \quad (2.5)$$

Připomeňme, že námi zkoumané MO jevy (FR a MCD) jsou komplexní, a tak k jejich teoretickému popisu s výhodou používáme komplexní symboliku, kde o úhlu FR (magnetický kruhový dvojlom, MCB) φ_F vypovídá reálná část \Re a o MCD ψ imaginární část \Im komplexního úhlu Φ_F . Tento komplexní úhel je úměrný rozdílu komplexních indexů lomu a platí pro něj (viz [7])

$$\Phi_F = \varphi_F + i\psi = \frac{k}{2}(n_+ - n_-)d = \frac{k}{2}[(n'_+ - n'_-) + i(n''_+ - n''_-)]d,$$

kde d je tloušťka vzorku a k vlnový vektor. Srovnáním reálných i imaginárních částí dospíváme k relacím (pro specifické hodnoty) [7]

$$\text{FR : } \quad \frac{\varphi_F}{d} = \Re\left(\frac{\Phi_F}{d}\right) = \frac{k}{2}(n'_+ - n'_-), \quad (2.6)$$

$$\text{MCD : } \quad -\text{tg}\epsilon_F = \text{tgh}\psi = \text{tgh}\left(\Im\left(\frac{\Phi_F}{d}\right)\right) = \text{tgh}\left[\frac{k}{2}(n''_+ - n''_-)\right], \quad (2.7)$$

kde ϵ_F se nazývá Faradayova elipticita.

Úpravou (2.6) s užitím $\epsilon_{xy} \ll \epsilon_{xx}$ a zavedením středního indexu lomu $\bar{n} = \bar{n}' + i\bar{n}''$ výrazem $\sqrt{\epsilon_{xx} + i\epsilon_{xy}} + \sqrt{\epsilon_{xx} - i\epsilon_{xy}} \approx 2\sqrt{\epsilon_{xx}} = 2\bar{n}$ (podle [5], str. 344) postupně obdržíme

$$\begin{aligned} \frac{\varphi_F}{d} &= \Re\left(\frac{k}{2}(n_+ - n_-)\right) = \Re\left(\frac{k}{2} \cdot \frac{n_+^2 - n_-^2}{n_+ + n_-}\right) = \Re\left(\frac{k}{2} \cdot \frac{\epsilon_{xx} + i\epsilon_{xy} - (\epsilon_{xx} - i\epsilon_{xy})}{\sqrt{\epsilon_{xx} + i\epsilon_{xy}} + \sqrt{\epsilon_{xx} - i\epsilon_{xy}}}\right) \approx \\ &\approx \Re\left(\frac{k}{2} \cdot \frac{2i\epsilon_{xy}}{2(\bar{n}' + i\bar{n}'')}\right) = \Re\left(\frac{k}{2} \cdot \frac{i\epsilon_{xy}(\bar{n}' - i\bar{n}'')}{(\bar{n}' + i\bar{n}'')(\bar{n}' - i\bar{n}'')}\right) = \frac{k}{2} \cdot \frac{\epsilon'_{xy}\bar{n}'' - \epsilon''_{xy}\bar{n}'}{\bar{n}'^2 - \bar{n}''^2} \approx \\ &\approx -\frac{k}{2} \cdot \frac{\epsilon''_{xy}}{\bar{n}'} = -\frac{\omega}{2c} \cdot \frac{\epsilon''_{xy}}{\bar{n}'}, \end{aligned}$$

jestliže jsme v posledním kroku předpokládali malou absorpci $\bar{n}'' \ll \bar{n}'$ (resp. velký poměr $\bar{n}'/\bar{n}'' \gg 1$) [5]. Analogický postup platí pro MCD, tedy můžeme nadále používat vztahy (viz [5], str. 345)

$$\text{FR : } \quad \frac{\varphi_F}{d} = -\frac{k}{2} \cdot \frac{\epsilon''_{xy}}{\bar{n}'} = -\frac{\omega}{2c} \cdot \frac{\epsilon''_{xy}}{\bar{n}'}, \quad (2.8)$$

$$\text{MCD : } \quad \frac{\psi_F}{d} = \frac{k}{2} \cdot \frac{\epsilon'_{xy}}{\bar{n}'} = \frac{\omega}{2c} \cdot \frac{\epsilon'_{xy}}{\bar{n}'}. \quad (2.9)$$

Složku tenzoru ϵ_{xy} uvedeme v kapitole 4.2, abychom díky vztahům (2.8) a (2.9) mohli nalézt teoretickou závislost pro prokládání experimentálních dat. Složka ϵ_{xy} je přímo úměrná magnetizaci \mathbf{M} , jejíž znaménko tedy určuje znaménko MO jevů, přesněji jisté lineární kombinaci výsledných magnetizací \mathbf{M}_i jednotlivých podmříží ($i \equiv a \dots$ oktaedrická, $i \equiv d \dots$ tetraedrická – pro naše studované vzorky za dodatečného předpokladu, že dodekaedrické polohy jsou obsazeny nemagnetickými ionty) [8]

$$\varphi_F = f(\mathbf{M}_i) = A\mathbf{M}_a + B\mathbf{M}_d. \quad (2.10)$$

Kapitola 3

Měření FR a MCD

3.1 Principy a metody měření

V předchozích kapitolách jsme nastínili požadavky na měřicí aparaturu a nyní principy, postup a další okolnosti měření probereme detailně. Aparatura automaticky natáčí analyzátor do zkřížené polohy; označíme-li α úhel mezi rovinou polarizace elmg. záření (kterou měříme) a rovinou propustnosti polarizátoru, na nějž záření dopadá (tj. úhel měřený vůči ose x), intenzita světla za polarizátorem bude úměrná $\sim \cos^2 \alpha$. V ξ -okolí zkřížené polohy je signál úměrný dopadající intenzitě elmg. záření I_d , přesněji $\sim I_d \sin^2 \xi$. Odtud aparatura jednoduše nepozná, jakým směrem má analyzátořem otáčet. Navíc minimum signálu je relativně ploché, a tedy neumožňuje přesné měření. Proto se využívá modulace stavu polarizace světla, která efektivně převede problém na měření derivace signálu podle úhlu, což je pro aparaturu jednoduše využitelná zpětná vazba pro natáčení analyzátoru. S využitím této modulace při měření FR signál I za analyzátořem má složky (viz [9])

$$I = \frac{I_d}{8}(I_0 + I_{2\omega_m} + I_{4\omega_m}), \quad \text{kde} \quad (3.1)$$

$$I_0 = \cosh 2\psi + \frac{1}{2} \cos(2\alpha - 2\varphi), \quad (3.2)$$

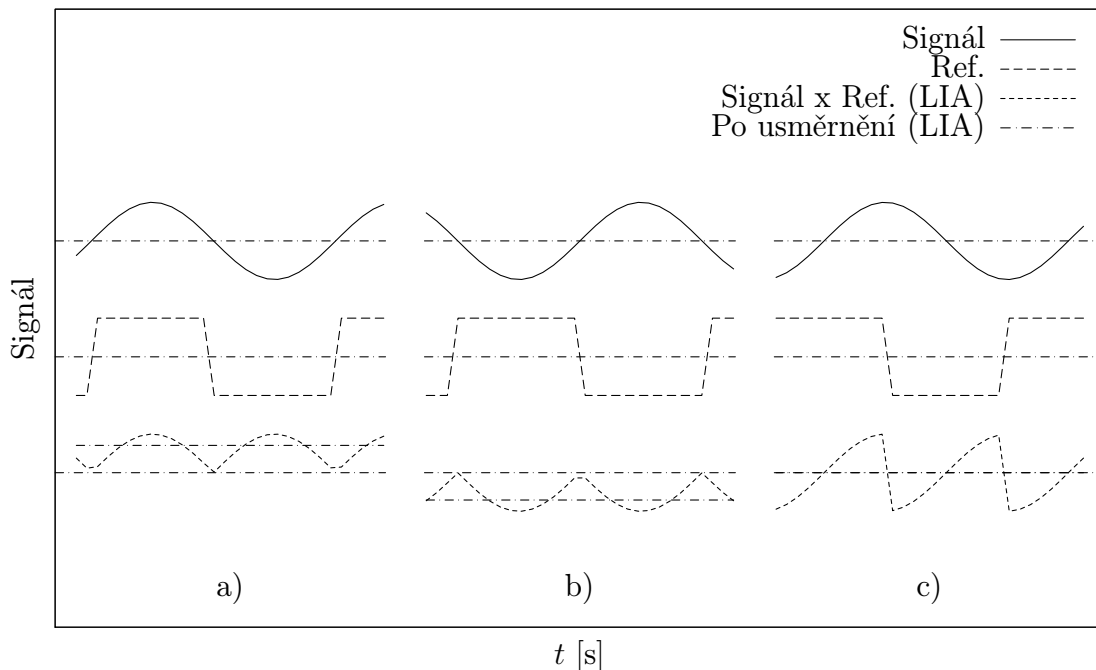
$$I_{2\omega_m}(t) = [\cosh 2\psi + \cos(2\alpha - 2\varphi)] \cos(2\omega_m t) + \sin(2\alpha - 2\varphi) \sin(2\omega_m t), \quad (3.3)$$

$$I_{4\omega_m}(t) = \frac{1}{2} \cos(2\alpha - 2\varphi) \cos(4\omega_m t) + \frac{1}{2} \sin(2\alpha - 2\varphi) \sin(4\omega_m t), \quad (3.4)$$

kde značíme FR φ , MCD ψ , α úhel polarizátoru a $\omega_m t$ úhel rotujícího polarizátoru vůči ose x .

Signál se zpracovává v synchronním zesilovači (LIA, lock-in amplifier), který vynásobí měřený signál se signálem referenčním a získaný signál usměrní. Usměrněný signál může být nulový (tzn. analyzátoř je přesně ve zkřížené poloze při oddělení sinové od kosinové složky signálu, kterou lze potlačit ve směšovači synchronního detektoru) nebo nenulový – znaménko pak určuje smysl otáčení analyzátořem a absolutní velikost má vliv na efektivní rychlost otáčení analyzátořem

(jen poblíž zkřížené polohy, dál již je rychlost ustálená). Funkci lock-in zesilovače ilustruje obrázek 3.1.



Obrázek 3.1: Ilustrace funkce synchronního zesilovače (LIA): signál z detektoru je v synchr. zesilovači vynásoben referenčním signálem z optické závory na modulátoru, který je vůči měřenému signálu fázově posunutý: a) o 0° , b) o 180° , c) o 90° ; tomu odpovídá znaménko získaného a vzápětí usměrněného signálu, jenž je využit k ovládání analyzátoru.

Pro synchronní detekci se tedy uplatní jen složka $I_{2\omega_m}$. Označíme-li malé vychýlení ξ ze zkřížené polohy, tzn. orientaci analyzátoru popisuje úhel $\alpha = \pi/2 + \varphi + \xi$ (φ popisuje orientaci hlavní osy pol. elipsy vůči ose x v souladu s definicí jednotkové kružnice), bude v případě nulového MCD ($\psi = 0$) složka $I_{2\omega_m}$ mít velikost

$$I_{2\omega_m}(t) \approx -2\xi \sin(2\omega_m t).$$

Při nenulovém MCD můžeme kosinovou složku v (3.3) utlumit ve směšovači LIA; malé hodnoty MCD pak neovlivní měření FR.

V případě měření MCD je rotující polarizátor nahrazen rotující fázovou destičkou se zpožděním δ (opět rotující úhl. frekvencí ω_m), která způsobuje modulaci fáze, tedy LP světlo periodicky mění na LCP a RCP. Před analyzátor je (pevně) umístěna fázová destička se zpožděním γ . Signál I potom je [9]

$$I = \frac{I_d}{4}(I_0 + I_{2\omega_m} + I_{4\omega_m}), \quad \text{kde} \quad (3.5)$$

$$I_{2\omega_m}(t) = [\sinh 2\psi + \cosh 2\psi \sin \gamma \sin(2\alpha - 2\beta)] \sin \delta \sin(2\omega_m t) \quad (3.6)$$

a kde jsme zvolili úhel natočení fázové destičky $\beta = 0$. i v tomto případě je signál $I_{2\omega_m}$ úměrný malé výchylce ξ ze zkrřížené polohy a může být využit k ovládní analyzátoru.

Pro největší užitečný signál je třeba správně nastavit fázi (rozdíl fází) mezi měřeným a referenčním signálem. Tuto fázi určují nejrůznější faktory, zejména detektor a zpoždění v elektronice. Zdrojem referenčního signálu je optická závora na modulátoru (4 zářezy po obvodu); jestliže se modulátor otáčí úhlovou rychlostí ω_m , pak tedy frekvence referenčního signálu je $2\omega_m$. Výstupní signál z lock-in zesilovače (při referenčním signálu $2\omega_m$) závisí na:

- intenzitě světla dopadajícího na detektor (viz dále),
- modulační frekvenci ω_m a
- nastavené fázi.

Lock-in zesilovač navíc umožňuje násobit měřený signál referenčním signálem na frekvenci $4\omega_m$, který závisí na méně faktorech, a je tedy vhodným ukazatelem velikosti signálu, podle níž lze signál pro měření upravovat – k tomu slouží následující prostředky:

- změna šířky štěrbin (při měření spektra, ovšem s větší štěrbinou se zhoršuje rozlišení),
- zařazení šedých filtrů (při měření spektra),
- změna citlivosti fotonásobiče změnou vysokého napětí (při měření spektra, pokud je použit),
- chlazení IR detektoru (nastavení před měřením).

3.2 Optická aparatura

Nyní můžeme popsat celou měřicí aparaturu a vyjmenovat její části. Řazení vychází z pořadí prvku v cestě světla, a to od zdroje k detektoru. Dále je uvedena řídicí elektronika. Alternativy souvisejí se spektrálním oborem, v němž měříme (IR – infračervená část, UV – ultrafialová a viditelná část elmg. spektra). Viz též schéma aparatury se základními zařízeními (před automatizací) na obr. (3.2) a současný stav automatizované aparatury včetně zapojení na obr. (3.3).

1. Zdroj elmg. záření s napájecím zdrojem:
 - IR: halogenová žárovka napájená regulovaným proudovým zdrojem;
 - UV: xenonová výbojka napájená VN zdrojem (nezbytné odsávání ozonu).
2. Hranový filter (edge filter, cut-off filter) – blokuje vyšší harmonické, jimž odpovídají obecně větší MO jevy.

3. Šedé filtry – slouží k úpravě velikosti signálu (zejména měření s Xe výbojkou).
4. Monochromátor (s možností úpravy velikosti štěrbin; měření s mřížkou, hranolem).
5. Polarizátor (směr propustnosti splývá s osou x).
6. Modulátor s optickou závorou (referenční signál) a řídicí elektronikou s možností nastavit modulační frekvenci mimo násobky síťové frekvence.
7. Podle potřeby další filtry (např. zelený k potlačení bílého šumu apod.).
8. Křemenná spojná čočka – fokusace svazku na vzorek.
9. Vzorek v držáku, popř. v kryostatu – umístěné v ose elektromagnetu.
10. Mimoosé duté zrcátko – soustřeďuje rozbíhavé paprsky po průchodu vzorkem na detektor.
11. Rovinné zrcátko – nezbytná změna směru chodu paprsků.
12. *V případě měření MCD* čtvrtvlnná destička.
13. Analyzátor ovládaný krokovým motorem.
14. Detektor s napájením, popř. chlazením:
 - IR: PbS detektor napájený z monočlánků;
 - UV: fotonásobič napájený vysokonapěťovým (VN) zdrojem.

Další pomůcky:

rotační olejová vývěva kryostatu; chlazení elektromagnetu; koloidní stříbro (pro lepení vzorku do kryostatu).

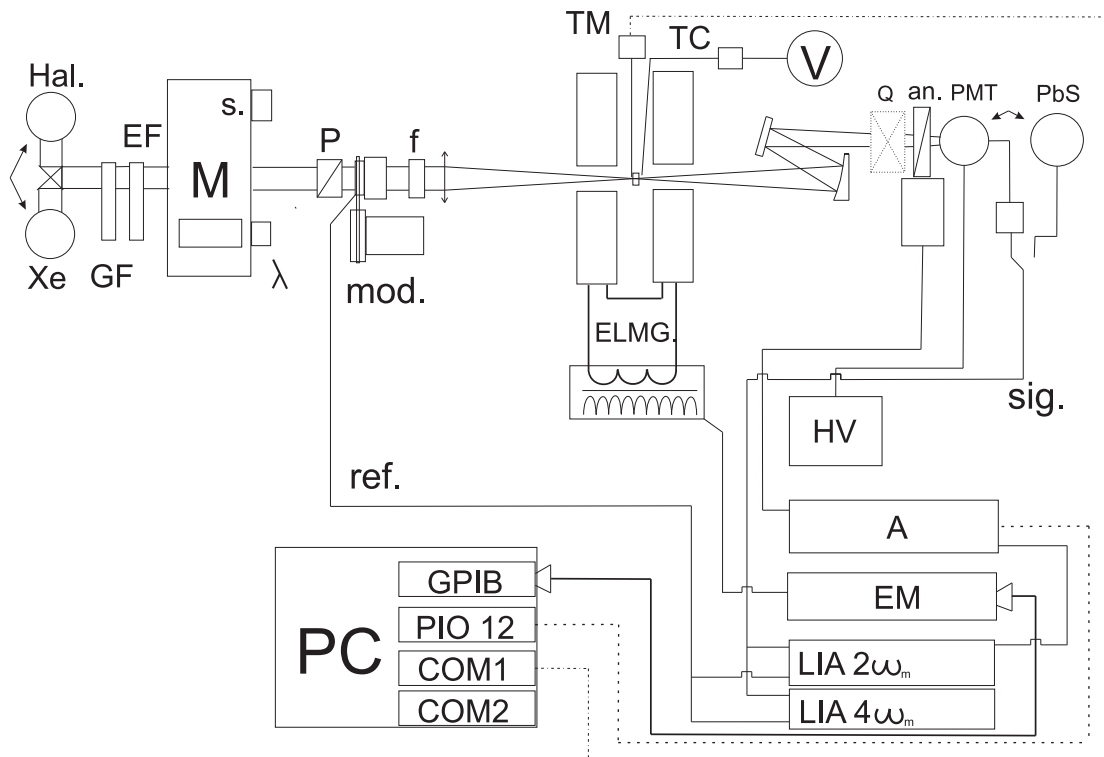
Modulátorem je buď v případě měření FR polarizátor, nebo pro měření MCD čtvrtvlnná destička. Typy použitých modulátorů pro měření v širokém oboru spektra jsou uvedeny v příloze 6.1. Základní charakteristiky měřicí aparatury jsou shrnuty v tabulce 3.2. Nejlepší přesnost měření se pohybuje okolo $0,002^\circ$ uprostřed spektra, kde je větší signál, a na krajích spektra dosahujeme absolutní chyby měření $0,005^\circ$. Uvedená chyba měření je dána nejmenším krokem změny úhlu analyzátoru 10 úhl. vteřin, nicméně s použitím statistiky při optimálním nastavení velikosti signálu (viz postup dále), příp. s pokročilejšími metodami lze dosáhnout i vyšší přesnosti. Rozsah vlnových délek pro měření je dán kromě vlastností vzorku propustností substrátu a polarizátoru. Podrobný popis měřicí aparatury je uveden v článku [9] jejího autora doc. M. Kučery.

Tabulka 3.1: Řídicí elektronika

Původní	Doplněná v rámci automatizace
Řízení krokového motoru modulátoru	Ovládání šedých filtrů krok. motorem
Řídicí jednotka proudového zdroje elektromagnetu	Ovládání monochromátoru krokovým motorem
Teslametr	
Voltmetr – měření teploty přes napětí termočlátku	(→ připojen přes GPIB)
Řídicí jednotka krok. motoru analyzátoru, připojená k lock-in zesilovači ($2\omega_m$)	
Lock-in zesilovač ($4\omega_m$)	(→ měření velikosti signálu pro jeho automatickou úpravu)
Lock-in zesilovač ($2\omega_m$)	
Napájení fotonásobiče	(→ připojen přes GPIB)
Zesilovač signálu z fotonásobiče	Chlazení PbS detektoru
Řídicí PC	

Tabulka 3.2: Základní charakteristiky měřicí aparatury

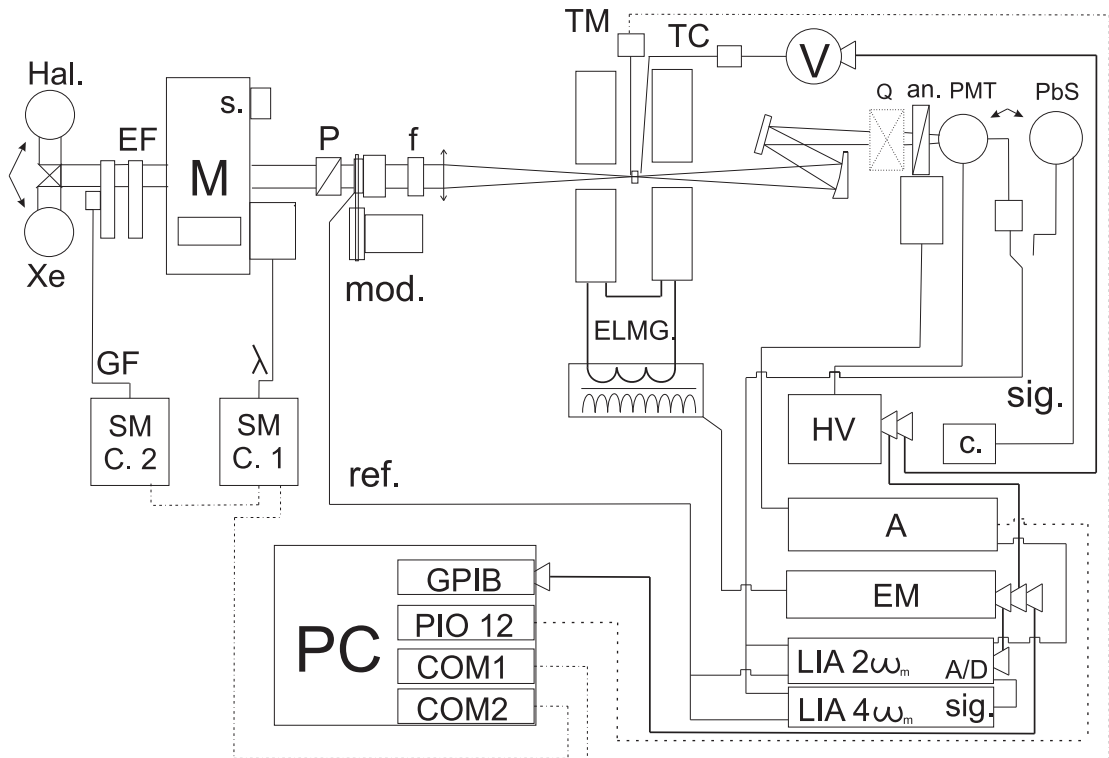
Nejmenší úhlový krok analyzátoru:	10 úhl. vteřin
Přesnost měření úhlu analyzátoru:	$0,002-0,005^\circ \approx 7-20$ úhl. vteřin
Magnetické pole:	1 mT – 1,3 T
Teplota:	80–360 K
Vlnová délka:	240–2200 nm



Obrázek 3.2: Aparatura před automatizací – podrobnější schéma se základními zařízeními: xenonová výbojka (Xe) nebo halogenová žárovka (Hal.); duté zrcátko; hranové (EF) a šedé (GF) filtry, monochromátor (M) – nastavení λ a štěrby (s.); polarizátor (P), modulátor (mod.), fakultativní filtr (f); spojná čočka, elektromagnet se zdrojem (ELMG.), vzorek a v jeho těsné blízkosti Hallova sonda připojená k teslametru (TM), příp. s termočlánkem (TC) v kryostatu připojeným k voltmetru (V); duté zrcadlo, rovinné zrcadlo; *fázová destička v příp. měření MCD* (Q), analyzátor (an.), detektor – fotonásobič se zesilovačem (PMT), PbS-detektor. Řídicí elektronika: řídicí počítač (PC), vysokonapěťový zdroj pro fotonásobič (HV), řízení krokového motoru analyzátoru a původního modulátoru (A) – připojené k synchronnímu zesilovači s referencí (*ref.*) $2\omega_m$ (LIA $2\omega_m$), synchronní zesilovač na referenční frekvenci $4\omega_m$ (LIA $4\omega_m$) – pro úpravu signálu; ovládací jednotka elektromagnetu (EM); přívod signálu koaxiálním kabelem (sig.).

3.3 Automatizace aparatury

Na počátku řešení této diplomové práce bylo měření spekter na optické aparatuře manuálně řízené, automaticky probíhalo jen nastavení magnetického pole na počátku a při měření komutace pole a sběr dat (FR, MCD) se statistickým zpracováním. Uživatel jednotlivý sběr dat spouštěl manuálně po každé vlastnoruční změně vlnové délky a následné úpravě signálu a nakonec vizuální kontrole, že analyzátor se otočil do nové zkřížené polohy (kolem níž kmitá). Dále bylo



Obrázek 3.3: Aparatura po automatizaci – legenda viz popis obr. 3.2. Doplněná zařízení a nová zapojení: dva kontrolery (SMC. 1, SMC. 2) krokových motorů ovládajících šedé filtry (GF) a posun vlnové délky (λ), zapojené v sérii a připojené na druhý sériový port (COM2) řídicího počítače (PC); rozšířená standardizovaná GPIB síť (na počátku jen spojení řídicího počítače a ovládací jednotky (EM) zdroje elektromagnetu) – byl připojen jednak zdroj vysokého napětí (HV) pro fotonásobič (PMT), jednak voltmetr (V) k měření teploty termočlánkem (TC) a zejména synchronní zesilovač (LIA $2\omega_m$), což umožňuje dle uživatelského přednastavení měření měnit citlivost a zisk a také kontrolovat frekvenci $2\omega_m$ referenčního signálu (ref.) a měřit velikost signálu (sig.) pro jeho automatickou úpravu i kontrolu v průběhu měření. Proto byl analogový výstup zpracovaného signálu (sig.) ze synchronního zesilovače (LIA $4\omega_m$) připojen na A/D převodník (A/D) zesilovače LIA $2\omega_m$. Zároveň k PbS detektoru (PbS) byla připojena jednotka zajišťující jeho chlazení (c.).

plně automatizováno měření polní závislosti. Tento stav vyžadoval od obsluhy neefektivní několikahodinový pobyt u aparatury, přičemž nezanedbatelnou dobu uživatel čekal na dokončení statistického sberu dat. V rámci řešení diplomové práce jsem se rozhodl měření na optické aparatuře maximálně automatizovat, následně na předložených vzorcích hardware i upravený a nově vyvinutý software otestovat. K tomu bylo nezbytné navrhnout od základů nový postup (algoritmus) měření, který automatizaci principiálně umožňoval.

Klíčovým problémem byla eliminace fyzické přítomnosti obsluhy před každým spuštěním sběru dat. To vyžadovalo jednak motorové ovládání monochromátoru, dále vyřešení úpravy signálu, který se v principu může změnit po posunu vlnové délky, a nakonec návrh algoritmu, podle nějž aparatura efektivně (bez ztráty času) a bezpečně pozná, že analyzátor dosáhl nové zkřížené polohy. Pro automatizaci aparatury jsme provedli zejména následující hardwarové úpravy:

- Doplnění monochromátoru krokovým motorem (s kontrolerem) – nastavení vlnové délky.
- Doplnění karuselu s hranovými filtry krokovým motorem (s kontrolerem) – výměna filtrů pro úpravu signálu.
- Připojení lock-in zesilovače ($4\omega_m$, analogový výstup signálu) k AD převodníku zesilovače ($2\omega_m$) – odečtení velikosti signálu.
- Připojení VN zdroje fotonásobiče k řídicímu PC – úprava signálu změnou citlivosti fotonásobiče.
- Připojení voltmetru k novému řídicímu PC – měření teplotní závislosti, popř. kontrola teploty v kryostatu během měření.

Automatizace měření si vyžádala kompletní přepsání programu. Významným požadavkem bylo dodržení zásad objektově orientovaného programování, které společně s možností snadné editace konfiguračních souborů umožní snadné budoucí rozšíření či úpravu softwaru. Z původního programu od doc. J. Boka byly použity jen části kódu s konfigurací základních zařízení a rutiny pro komunikaci s nimi (elektromagnet, analyzátor, teslametr). Tyto rutiny byly revidovány a podle potřeby doplněny. Dále byla bez úprav převzata procedura časové prodlevy. Nezbytné úpravy softwaru zahrnovaly následující části:

- Tvorba rutin pro komunikaci s nově připojeným hardwarem (kontrolery dvou krokových motorů na sériovém portu, nastavení fáze a čtení signálu, nastavení VN na fotonásobiči) a návrh nezbytných standardů (např. nejmenší krok ve vlnové délce).
- Sdružení měření polních a teplotních závislostí i spekter do jednoho softwaru a návrh uživatelského rozhraní poměrně složité aparatury v nejrůznějších režimech měření.
- Návrh struktur konfiguračních souborů (číslo kroku – vlnová délka pro hranol a několik mřížek; přednastavení fáze pro nejrůznější modulátory; nová kalibrace a demagnetizace elektromagnetu aj.).
- Návrh algoritmu pro automatickou úpravu signálu (s využitím šedých filtrů a VN na fotonásobiči).
- Návrh algoritmu SMART pro spuštění sběru dat.

- Návrh standardu a příkazů univerzálního skriptovacího jazyka pro automatizaci měření s jakýmkoliv vzorkem – řeší úpravy signálu při změně vlnové délky.
- Řešení grafického výstupu – rutiny a standardy pro komunikaci řídicího programu s vědeckým freewarem GNUPLOT (umožňuje kontrolu v průběhu měření prostřednictvím grafu s možností zoomu a dalšími výhodami, po měření relativně jednoduchý grafický výstup do T_EXu aj.).

Úpravu signálu během měření spektra řeší univerzální skriptovací jazyk. Řídicí skript je vytvořen před spuštěním měření za fyzické přítomnosti obsluhy (průzkum měřeného spektra a plně kontrolovaná příprava řídicího skriptu trvá typicky 10–20 min) a obsahuje příkazy jako:

- Počáteční vlnová délka (resp. číslo kroku).
- Příkazy veškerého počátečního nastavení aparatury (štěrbina, citlivost, zisk, ...).
- Bloky příkazů pro změnu nastavení vždy po dosažení (popř. překročení) dané vlnové délky (čísla kroku).
- Příkaz ukončení měření po překročení dané vlnové délky (čísla kroku).

Tyto příkazy zaručují univerzálnost použití řídicího programu. Standard dále umožňuje značnou míru kontroly, že pokud během měření dojde k nepředpokládané situaci (automatická úprava signálu neuspěje v limitovaném počtu pokusů, poškodí se zdroj světla, tedy signál se dostane mimo stanovenou min. a max. mez, ...), pak se měření přeruší a program čeká na zásah obsluhy.

Skript umožňuje obsluze podle potřeby využít manuální nebo automatickou úpravu signálu; při průzkumu spektra obsluha vidí, jak úspěšně algoritmus funguje. Kód a komentář algoritmu automatické úpravy signálu je uveden v příloze 6.2.

SMART

Poslední nezbytností k automatizaci aparatury byl návrh algoritmu SMART (Start of Measurement After Reversions Tracking), který čeká, než analyzátor dosáhne nové zkřížené polohy, aby následně mohl být spuštěn statistický sběr dat. Nejprve pozorujme, jak se analyzátor během měření chová. Při optimálním nastavení signálu analyzátor náhodně kmitá kolem příslušné zkřížené polohy, což určuje míru šumu. V časové závislosti okamžitého úhlu analyzátoru pozorujeme tyto typické fáze v průběhu měření:

1. Ukončení předchozího měření (sběru dat) – náhodné oscilace.
2. Otočení analyzátoru do nové zkřížené polohy v důsledku změny vlnové délky nebo komutace pole – monotónní funkce, bez oscilací!

3. Ustabilování analyzátoru v nové zkřížené poloze – drift s oscilacemi.
4. Časová prodleva před spuštěním – téměř utlumený drift s oscilacemi.
5. Oscilace kolem nové zkřížené polohy – možnost měření (sběru dat).

Fáze otočení analyzátoru do nové zkřížené polohy díky modulaci představuje monotónní funkci prakticky bez oscilací, která ovšem může trvat v různě dlouhých časových intervalech (0 sekund až minuty). Před dosažením nové zkřížené polohy znovu začnou oscilace, zpočátku s tlumeným driftem, který lze ovšem časově odhadnout. Klíčem k řešení je tedy sledování změn smyslu otáčení analyzátoru (Reversions-Tracking), konkr. počítání těchto obrátů, které jsou známkou toho, že analyzátor téměř dosáhl nové zkřížené polohy. Jakmile počet obrátů dosáhne minimální stanovené hodnoty, může být (po prodlevě v řádu sekund) spuštěn sběr dat. Uživatel má možnost jednak zadat minimální počet obrátů (osvědčilo se např. 5), jednak zadat časovou prodlevu před měřením, aby měření nebylo dotčeno dobíhajícím driftem. Na počátku tohoto algoritmu SMART (tzn. před zahájením počítání obrátů) je žádoucí zařadit malou časovou prodlevu (např. 1 s), než se analyzátor rozběhne do nové zkřížené polohy. Kód rutiny SMART je k nahlédnutí v příloze 6.3. Tento algoritmus se velmi dobře osvědčil během všech provedených měření, a to jak po změně vlnové délky, tak po komutaci magnetického pole. Viz též obr. 3.4.

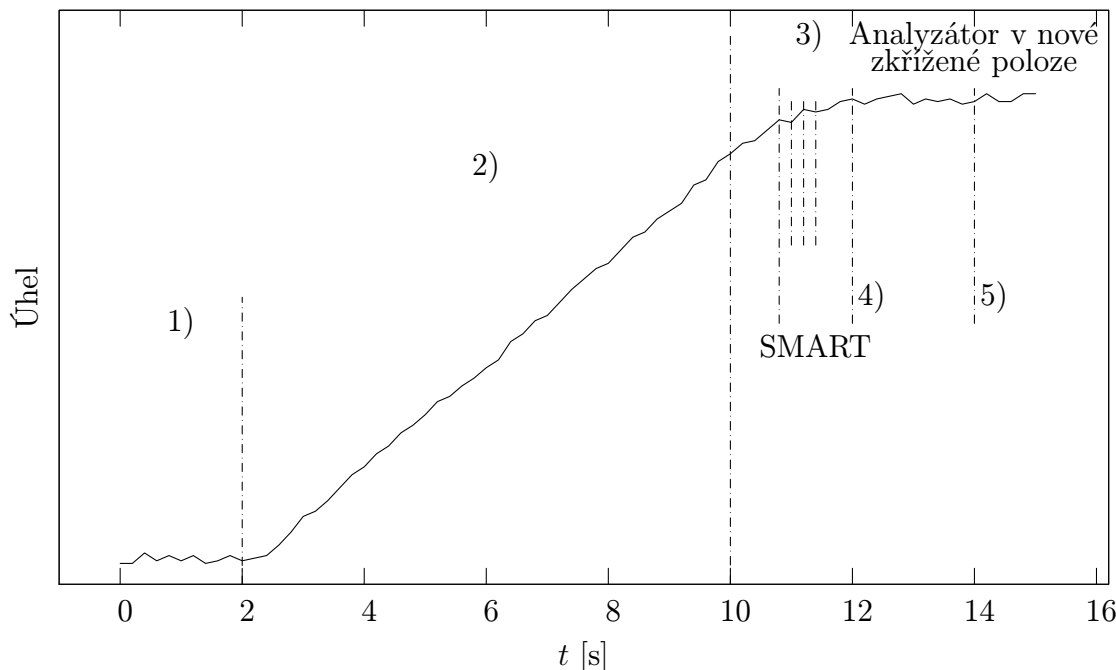
3.4 Postup a zásady měření

Nyní můžeme shrnout postup měření a uvést srovnání stavů před automatizací a po ní. Viz zpracování v tabulce 3.3, příp. podrobnější schémata aparatury na obrázcích 3.2, 3.3 a komentář dále.

Po umístění vzorku, modulátoru, zkrátka přípravě aparatury a zapnutí základních zařízení (nezbytné kvůli softwarové konfiguraci; zejména po zapnutí zdroje xenonové výbojky, jehož startovací vysokonapěťový puls by způsobil zamrznutí PC) spustíme řídicí PC a program, jemuž nejprve musíme sdělit **konfiguraci aparatury** (např. polohu šedých filtrů, šterbinu apod.), pokud si ji software nemůže zjistit automaticky (např. citlivost, zisk LIA aj.). Při jakékoliv změně konfigurace musí uživatel v příslušném formuláři zadat provedenou změnu, příp. užitečné doplňující informace, které se budou automaticky předvyplňovat do datových souborů.

Při měření byl objeven počáteční drift analyzátoru, který souvisí s dobou potřebnou na zahřátí aparatury. Před spuštěním jakéhokoliv měření je tedy nezbytné, aby **aparatura běžela v režimu měření alespoň 30 minut pro dostatečné zahřátí**. Poté drift typický pro každé obdobné elektronické zařízení je již v řádu přesnosti měření.

Měření polní a teplotní závislosti je plně automatizované a provádí se zpravidla při vlnové délce s větší hodnotou FR, resp. MCD. Měření spektra FR či



Obrázek 3.4: Časová závislost polohy analyzátoru $úhel(t)$ mezi následujícími měřeními a návrh algoritmu SMART: 1) po dokončení předchozího měření a komutaci pole či posunu λ rozběh analyzátoru do nové zkřížené polohy (monotónní funkce) \Rightarrow 2) po cca 1s pauze na rozběh zavolání procedury SMART; 3) přibližování analyzátoru k nové zkřížené poloze (již s oscilacemi) \Rightarrow procedura SMART začne počítat v tomto případě 5 obrátů; 4) časová prodleva (zde 2 s) zajistí, že dobíhající drift do nové zkřížené polohy neovlivní měření; 5) poté může být spuštěn sběr dat v nové zkřížené poloze.

MCD se provádí v poli nejlépe o dvojnásobné magnetické indukci, než je velikost odpovídající **nasycení** vzorku, kterou odhadneme z hysterezní smyčky.

Před měřením spektra je nezbytné připravit **řídící skript**, který se začne tvořit po nalezení počátečního bodu měření, v němž již máme dostatečný signál. Hledisky k posouzení **optimálního signálu** je jednak velikost signálu při analyzátoru vychýleném ze zkřížené polohy standardně o 10 úhl. minut (alespoň 100 % aktuálního rozsahu LIA, při měření polní závislosti je vhodná i větší min. hodnota, aby analyzátor dostatečně rychle dojížděl do zkřížené polohy) a jednak míra šumu, kterou odhadneme z oscilací analyzátoru kolem zkřížené polohy. **Velikost šumu** můžeme ovlivnit změnou citlivosti LIA čili rozsahu stupnice, příp. snížením napětí na fotonásobiči, změnou časové konstanty LIA pro středování apod. Každé měření je individuální a vyžaduje specifická nastavení. Dále při průzkumu spektra se můžeme řídit signálem na LIA ($4\omega_m$) a podle něj upravovat nastavení aparatury principiálně po každém posunutí vlnové délky. Při úpravě signálu

Tabulka 3.3: Postup měření spektra před (A) a po (B) automatizaci aparatury

A) Postup měření (do 2007)	B) Postup automatiz. měření (od 2008)
I) Příprava aparatury a vzorku II) Nalezení signálu III) Manuální měření 1) Ruční nastavení $\lambda \Rightarrow$ změna sig. 2) Úprava sig. (šterbina, VN, šedý f.) 3) Po ustálení ruční spuštění měření a) Automat. sběr dat + stat. b) Komutace pole (AUTO) c) Po ustálení ruční spuštění d) Automat. sběr dat + stat. \rightarrow 1), pokud je sig. dostatečný Měření trvá cca 1,5 h a vyžaduje neefektivní přítomnost obsluhy.	I) Zadání vzorku pro všechna měření II) Nalezení sig. (možno nastavit pole) III) Průzkum spektra a příprava říd. skriptu (tj. nastavení měření vč. sig.) IV) Spuštění poloaut. měření 1) Úprava signálu dle nastavení: a) šterbina, hran. filtry – manuálně b) vys. napětí, šedé filtry – AUTO 2) Sběr dat + stat. – AUTO 3) Komutace pole – AUTO 4) Sběr dat + stat. – AUTO 5) Posun λ – AUTO \rightarrow 1), dokud se nepřekročí koncová λ Příprava III) trvá 10–20 min, obsluha má značnou kontrolu nad nastavením.

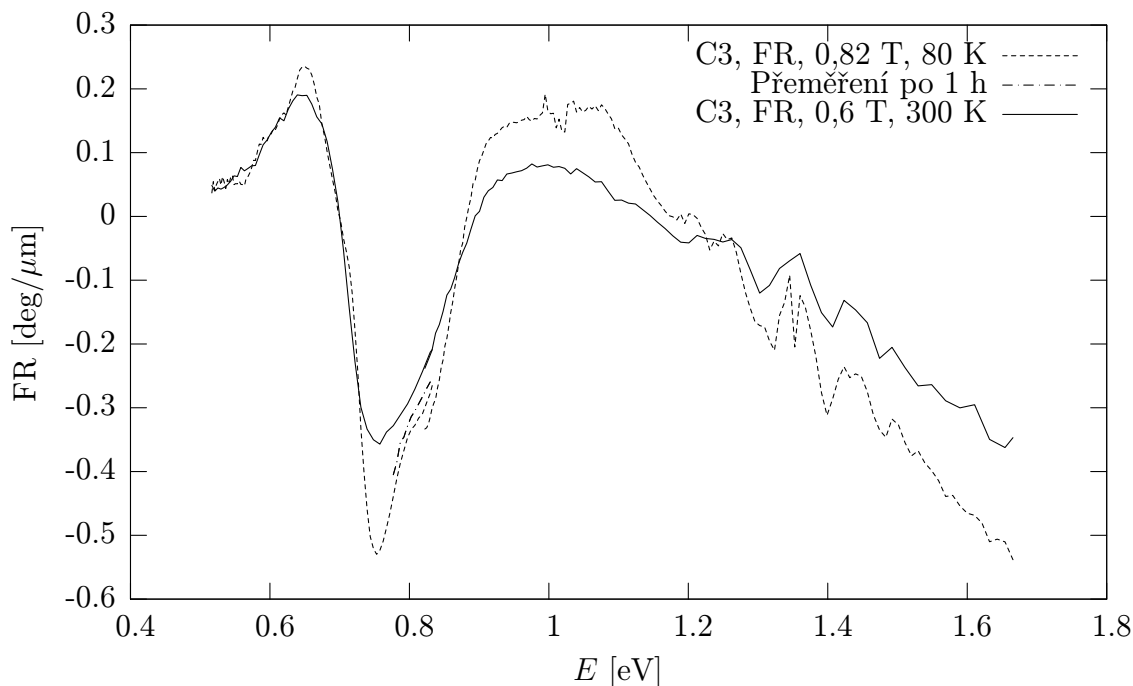
vždy hledáme kompromisní nastavení zejména těchto parametrů a s popsanou preferencí:

- Šířka šterbiny – mění se zpravidla na krajích měřeného spektra (tzn. manuálně se na počátku zmenšuje a na konci měření opět zvětšuje); s větší šterbinou roste signál, ale zhoršuje se rozlišovací schopnost monochromátoru.
- Zařazení šedých filtrů – může probíhat plně automaticky, zejména se využívá při měření s Xe výbojkou a fotonásobičem.
- Změna citlivosti LIA (rozsahu stupnice) – má významný vliv na míru šumu.
- Změna VN na fotonásobiči, je-li použit – s vyšším napětím roste signál, ale zároveň roste i šum.

Jelikož MO jevy v UV a viditelné oblasti spektra zpravidla převyšují hodnoty v IR oblasti, je třeba při měření v IR oblasti zařazovat hranové filtry pro blokování vyšších harmonických (fotonů o vyšších energiích).

Řídicí skript umožňuje vložit uživatelské přerušení po dosažení/překročení zadané vlnové délky (čísla kroku), např. za účelem vložení/vyjmutí dalších filtrů. Aby měření neovlivnily vůle monochromátoru, měří se zásadně při definovaném

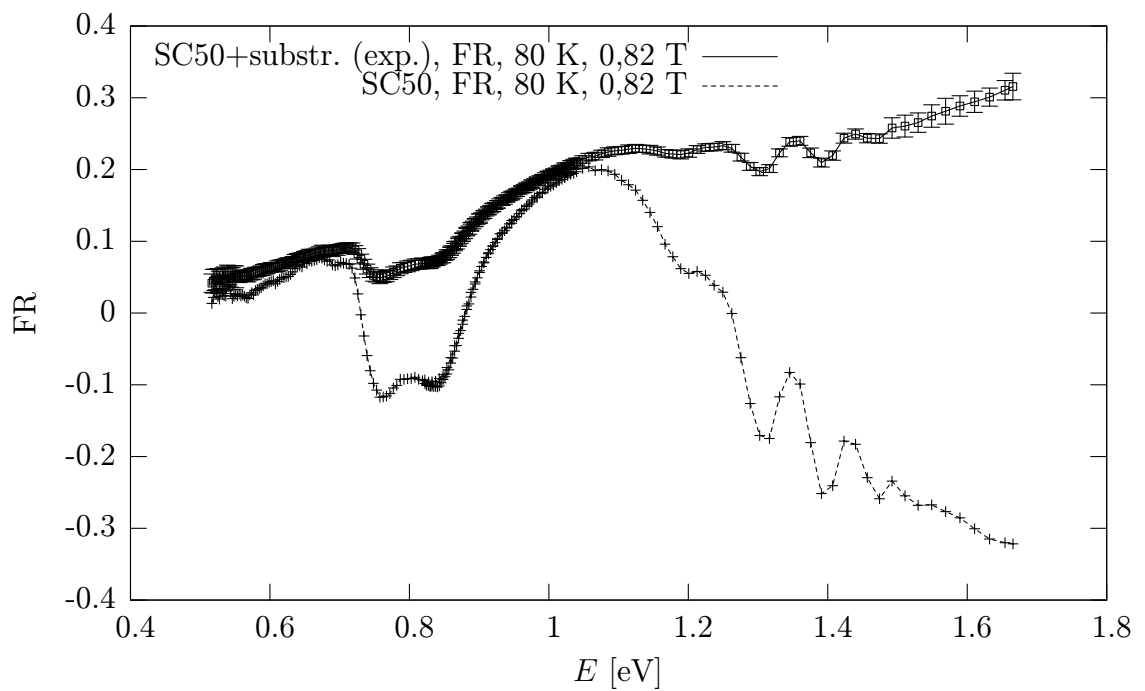
směru posunu vlnové délky: v případě hranolu od kratších k delším vlnovým délkám, v případě mřížek naopak. Aby se po výměně mřížek spektra bezvadně napojila, je třeba **měřit s mřížkami ve správném pořadí**, jinak zejména změna teploty vzduchu v laboratoři (zahřívání od elektromagnetu, elektroniky aj.) může způsobit potíže při napojení spekter pořízených s různými mřížkami! Viz obr. 3.5.



Obrázek 3.5: Měření spektra FR ($T = 80\text{ K}$) při nevhodném pořadí mřížek. Krajní body, v nichž se mají spektra napojit (okolí $0,82\text{ eV}$), byly změřeny s velkým časovým odstupem. Příslušná část spektra byla záměrně proměřena znovu s více než hodinovým intervalem; i tato závislost je posunutá. Pro srovnání je doplněno úspěšné měření při teplotě 300 K .

3.5 Zpracování dat před interpretací

Před interpretací naměřených křivek je třeba naměřená spektra, popř. polní závislosti přepočítat. Představují totiž součet příspěvků jednak od vzorku, jednak od substrátu, které jsou obecně funkcí vlnové délky λ . Korekci získaných spekter (odečtení příspěvku substrátu, přepočet na jednotkovou tloušťku vrstvy, korekci rozptýleného záření) zajistily původní programy `PPP4.exe` a `PPP41.exe` podle typu vzorku a měření.



Obrázek 3.6: Změna míry šumu po změně citlivosti LIA (viz např. pravý konec horní závislosti, v jednotkách [deg]). Oscilace v oblasti 1,4 eV způsobil použitý modulátor (např. pnutí v materiálu); s jiným modulátorem oscilace zmizí, čemuž odpovídá průběh MCD. Dolní závislost (v jednotkách [deg/ μm]) je specifická FR po korekci na substrát – viz podkap. 3.5.

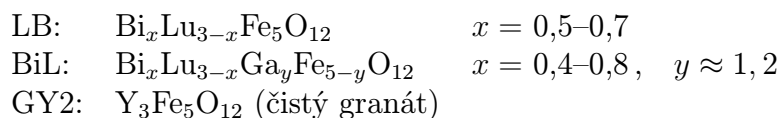
Kapitola 4

Měřené vzorky

4.1 Popis vzorků

V experimentu jsme zkoumali dvě skupiny vzorků – železité granáty a měďnaté ferity – ve formě tenkých vrstev na substrátu. První skupina vzorků granátu byla dopovaná bismutem a navíc jsme studovali vliv příměsi galia a čistý granát (značení LB, BiL, GY2). Druhá skupina je označena písmeny C nebo SC (vysvětlení viz dále). Zároveň jsou uvedeny příslušné strukturní vzorce.

I) Epitaxní granátové vrstvy



Epitaxní granátové vrstvy byly připraveny v FÚ UK metodou LPE z taveniny $\text{PbO-B}_2\text{O}_3$ na substrátech GGG orientace (111), a to při teplotách 700–770 °C. Vrstvy se nacházejí po obou stranách substrátu a vykazují jednoosou magnetickou anizotropii s magnetickým momentem kolmým k vrstvě. Parametry jednotlivých vzorků jsou shrnuty v tabulce 4.1. Koncentrace bismutu x byla odhadnuta z hodnoty FR za předpokladu, že FR roste lineárně s hodnotou x a známe hodnoty pro $x = 1$: 1,88 deg/ μm při $\lambda = 633$ nm a 0,222 deg/ μm při $\lambda = 1150$ nm. Koncentrace galia y byla odhadnuta z hodnoty pole nasycení B_s vzorku rovněž za předpokladu lineární závislosti na B_s , dále odhadu, že 89 % iontů Ga se dostane do tetraedrických poloh a zbytek do oktaedrických.

Tenké vrstvy železitého granátu (s příměsí bismutu, popř. galia) mají granátovou strukturu (viz [10]), kterou vidíme na obr. 4.1 a 4.2. V krystalové struktuře můžeme identifikovat základní koordinační mnohostěny, které jsou vůči sobě určitým způsobem natočeny a vzájemně vázány el. silami mezi anionty a kationty. Uspořádání základních koordinačních čtyřstěnů je takové, že žádné dva z nich nemají společný vrchol. Zároveň jsou mezi čtyřstěny vytvořeny dutiny, které mohou obsadit zbývající kationty: dutiny mají tvar osmistěnu (pro menší ionty, tzn.

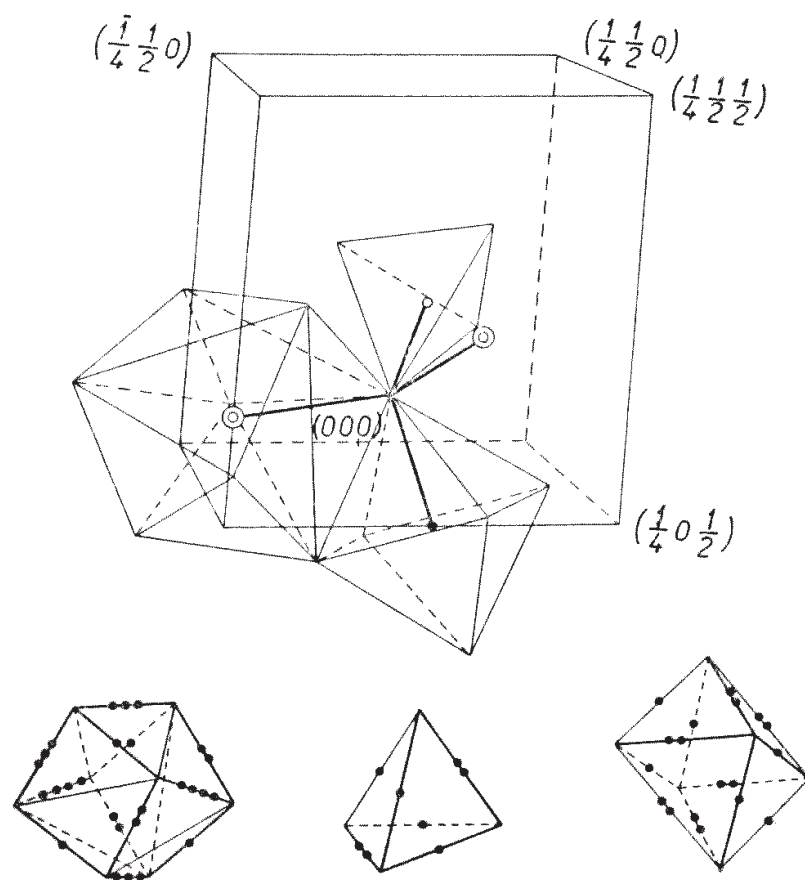
Tabulka 4.1: Epitaxní granátové vrstvy (z obou stran podložky) – parametry

Vzorek	d [μm]	$d_{\text{sub.}}$ [μm]	x	y	$B_{\text{s,max}}$ [mT]
2LB3	$2 \times 3,26$	490	0,5	–	180
3LB3	$2 \times 2,14$	490	0,71	–	180
1BiL1	$2 \times 3,18$	426	0,44	1,21	13
2BiL2	$2 \times 0,92$	425	0,67	1,20	12
3BiL1	$2 \times 3,00$	428	0,56	1,24	17
3BiL2	$2 \times 0,90$	457	0,8	1,22	14

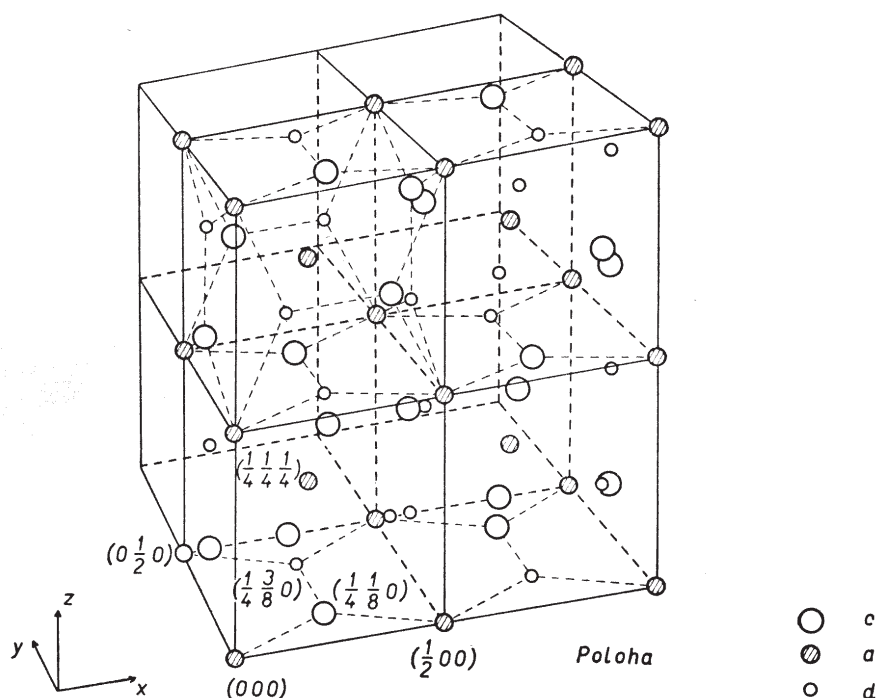
d – tloušťka 1 vrstvy, $d_{\text{sub.}}$ – tloušťka substrátu,
 x – konc. bismutu, y – konc. galia,
 $B_{\text{s,max}}$ – pole nasycení (splnutí horizontálních částí
hysterezních smyček při obou směrech změny mag. pole)

Ga, Fe – v hranatých závorkách []) a dvanáctistěnu pro větší ionty (v našem případě Bi, Lu; Y – ve složených závorkách { }). Každý kyslík patří k jednomu čtyřstěnu, k jednomu osmistěnu a ke dvěma dvanáctistěnům. Kulaté závorky () značí tetraedrické polohy. Granátová struktura je poměrně složitá a odpovídá jí kubická symetrie.

Příměs galia způsobí snížení hodnoty pole nasycení, neboť zředuje železité kationty [4]. Diamagnetické bismutité kationty $\{\text{Bi}^{3+}\}$ usedají do dodekaedrických poloh a zvyšují hodnoty MO jevů ve viditelné oblasti. Znaménko FR souvisí s orientací výsledných magnetických momentů jednotlivých podmřížek, viz vztah (2.10), které v důsledku výměnné interakce mají určité uspořádání, v tomto případě antiparalelní. Např. jsou-li v yttritých granátech tři tetraedrické ionty (Fe) antiparalelní ke dvěma oktaedrickým [Fe] v každé buňce, výsledná magnetizace bude paralelní k tetraedrické podmřížce a FR ve viditelné oblasti bude kladná. V případě diamagnetického kovu v dodekaedrických polohách – tzn. naopak více [Fe] než (Fe) – výsledná magnetizace \mathbf{M} bude paralelní k momentu oktaedrické podmřížky a FR bude záporná (podle [4], str. 297). Ze tří navržených mechanismů ([4], str. 298) pro vysvětlení vysoké hodnoty FR nakonec uspěla práce Kahna et al. [11], že v důsledku překryvu některé vlnové funkce Bi a excitovaných stavů pozorovaných přechodů je přechod odpovídající přenosu náboje $\text{O}^{2-} \rightarrow \text{Fe}^{3+}$ zodpovědný za vyšší MO aktivitu.

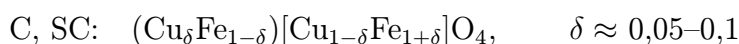


Obrázek 4.1: Koordinační mnohostěny a jejich uspořádání v granátové struktuře (převzato z [10], str. 95).



Obrázek 4.2: Rozmístění kationtů v granátech, tj. bez kyslíkových aniontů (převzato z [10], str. 96): $\{c\}$ – dodekaedrická poloha $\{\text{Bi, Lu; Y}\}$, $[a]$ – oktaedrická, 2 kationty $[\text{Fe, Ga}]$, $\{d\}$ – tetraedrická, 3 kationty (rovněž Fe, Ga).

Měďnaté ferity



(Zde kulaté závorky odpovídají tetraedrickým polohám, hranaté oktaedrickým polohám.)

Desai a kol. [12] uvádí, že objemové vzorky jsou za pokojové teploty stabilní s tetragonální symetrií, zatímco kubická struktura se stává stabilní až při vyšších teplotách (od 400 °C); přitom se uplatňují Jahnovy-Tellerovy distorze [12]. Měďnaté ferity ve formě tenkých vrstev mohou mít krystalovou strukturu (symetrii) buď tetragonální, nebo kubickou, což bylo stanoveno metodou XRD – stabilizace struktury záleží zejména na způsobu žíhání a ochlazení po přípravě vzorků.

Vzorky byly připraveny radiofrekvenčním pulsním naprašováním na substrát z taveného křemene, a to při výkonu přístroje *Leybold Z400* 50 W. Po naprašování byly tyto vzorky po dobu 2 h žíhány při teplotě 850 °C a následně ochlazeny buď prudce (C – quenched, tzn. zakalení) ponořením do tekutého dusíku, anebo pomalu (SC – slowly cooled). Podmínky přípravy těchto vzorků shrnuje tabulka 4.2.

Tabulka 4.2: Mednaté ferity – podmínky přípravy

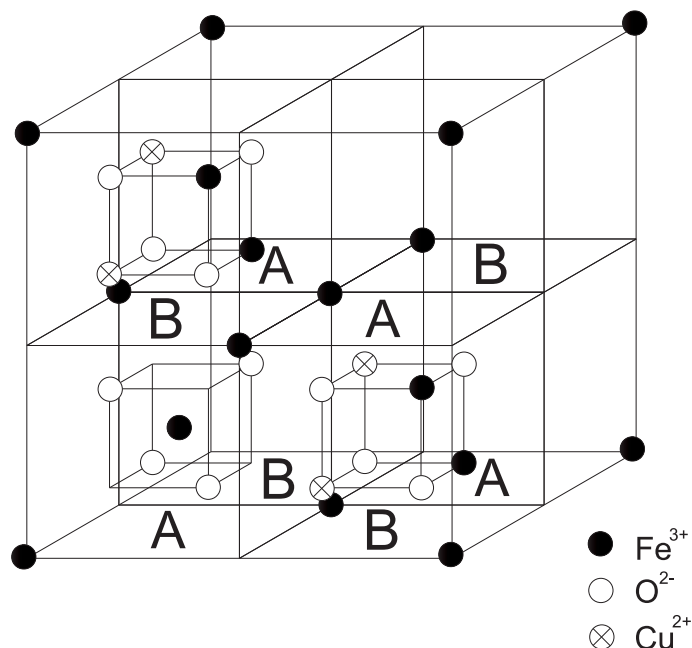
Označení	Teplota žihání [°C]	Výkon rf diody [W]	Způsob chlazení	d [μm]	$d_{\text{sub.}}$ [μm]	$B_{\text{s,max}}$ [mT]
SC50	850	50	pomalů	280	1010	0,45 ± 0,02
C3	850	50	rychle	110	1010	0,30 ± 0,02

d – tloušťka 1 vrstvy, $d_{\text{sub.}}$ – tloušťka substrátu,
 $B_{\text{s,max}}$ – pole nasycení (splnutí horizontálních částí
hysterezních smyček při obou směrech změny mag. pole)

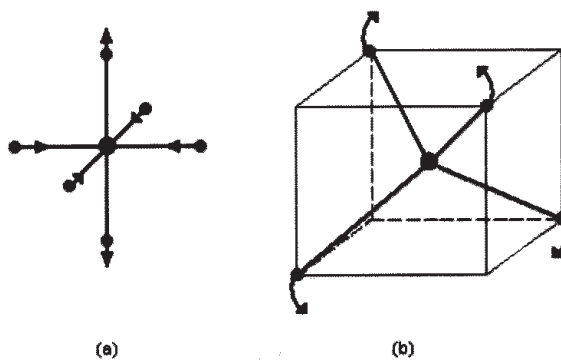
Mědnaté ferity mají tzv. spinelovou strukturu, kterou znázorňuje obr. 4.3. Rozdílné soustavy jsou pozorovány v důsledku migrace mědnatých kationtů Cu^{2+} mezi oktaedrickými a tetraedrickými polohami a uplatnění Jahnovy-Tellerovy distorze. Při vyšších teplotách (nad 350–400 °C [13], [15]) se část Cu^{2+} iontů přemístí z oktaedrických do tetraedrických poloh (objeví se kubická symetrie) a díky prudkému zchlazení tato struktura zůstane zachována (mědnaté kationty zůstanou v tetraedrických polohách) i při pokojové teplotě a MO metodami můžeme zkoumat příspěvek těchto tetraedrických iontů, které určují struktury spektra v IR oblasti (na rozdíl od viditelné oblasti, kde se projevují silnější přechody od iontů Fe^{3+} v krystalovém poli [13]. Žihání u mědnatých feritů navíc obecně zvětšuje magnetické momenty díky vylepšení krystaličnosti a zvětšení objemu feritové fáze [13].

Ve spinelové struktuře se v důsledku principu snížení energie systému uplatňují Jahnovy-Tellerovy distorze, jimž odpovídá jednak nižší energie (typ distorze se odvíjí od konkrétních druhů iontů) a v každém případě nižší symetrie systému, což je důsledkem Jahnova-Tellerova teorému. Příčiny těchto distorzí můžeme nastínit takto:

Mědnatý kationt Cu^{2+} má elektronovou konfiguraci d^9 (uvažujeme jen d orbitály zodpovědné za magnetické vlastnosti a odpovídající zde kulově symetrickému stavu d^{10} s jednou el. dírou). Iont se nachází ve středně silném krystalovém poli s oktaedrickou symetrií (J–T distorze způsobují právě oktaedrické Cu^{2+}), přičemž rozložení elektronové hustoty v orbitalech d_{z^2} a $d_{x^2-y^2}$ nebude stejné. Jestliže je např. el. hustota vyšší v orbitalu d_{z^2} (největší hustota je přímo na ose z), pak je jádro kationtu více elektricky odstíněné vůči dvěma aniontům ležícím na ose z než vůči aniontům v rovině xy . Přitažlivá síla mezi kationtem a anionty v rovině xy je pak větší než v kolmém směru. Původní oktaedr se tedy protáhne ($c/a > 1$) a symetrie se změní na tetragonální. Při větším obsazení orbitalu $d_{x^2-y^2}$ (v rovině xy) nastane opačná distorze ($c/a < 1$), již však odpovídá rovněž tetragonální symetrii. Viz obr. 4.4, podrobnější popis s příslušnou teorií lze nalézt např. v [14], [10].



Obrázek 4.3: Spinelová struktura – tvořená osmi krychlovými a navzájem se střídajícími bloky typu A, B. V bloku A vidíme dvě tetraedrické a v bloku B čtyři oktaedrické polohy (převzato z [14]).

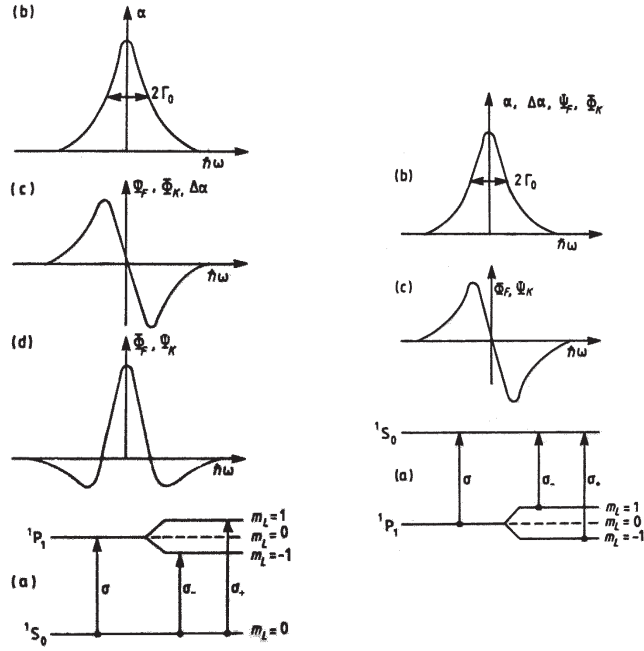


Obrázek 4.4: Jahnovy-Tellerovy distorze (převzato z [14]).

4.2 Teorie pro interpretaci měření

Pro interpretaci uvažujeme elektronové přechody v krystalových polích vytvořených jednotlivými ionty. Rozlišujeme dva druhy těchto přechodů (viz též obr. 4.5):

- *Diamagnetické přechody* – přechody mezi singletním základním stavem (S_1) a rozštěpenými excitovanými stavy. V tomto případě rezonanční frekvence



Obrázek 4.5: Typické profily spektrálních čar – vlevo diamagnetický, vpravo paramagnetický: a) energetické schéma, b–d) profily FR Φ_F a MCD ϑ_F (převzato z [3]).

pro RCP a LCP se liší o $\Delta\omega = \omega_+ - \omega_-$ a obsazení základního stavu (singlet) je nezávislé na teplotě (tzn. spektra jsou teplotně nezávislá).

- *Paramagnetické přechody* – přechody mezi jemně rozštěpeným základním stavem a excitovanými stavy (které nemusí být rozštěpeny). Pro tyto přechody jsou tentokrát odlišné síly oscilátorů (pro RCP a LCP) a spektra MO jeví jsou teplotně závislá.

Paroli ([5], str. 355–357) kvantově-mechanickým přístupem odvodil pro klíčovou složku tenzoru el. permitivity (2.1) v případě paramagnetických přechodů

$$\epsilon'_{xy}(\omega) = \frac{Ne^2\Gamma_{ab}}{2m\epsilon_0} \sum_a \beta_a \sum_b \frac{f_{ab}^+ - f_{ab}^-}{\omega_{ab}} \frac{\omega_{ab}^2 + \omega^2 + \Gamma_{ab}}{(\omega_{ab}^2 - \omega^2 + \Gamma_{ab}^2)^2 + 4\omega^2\Gamma_{ab}^2}, \quad (4.1)$$

$$\epsilon''_{xy}(\omega) = \frac{Ne^2\Gamma_{ab}}{2m\epsilon_0} \sum_a \beta_a \sum_b \frac{f_{ab}^+ - f_{ab}^-}{\omega_{ab}} \frac{\omega^2 - \omega_{ab}^2 - \Gamma_{ab}}{(\omega_{ab}^2 - \omega^2 + \Gamma_{ab}^2)^2 + 4\omega^2\Gamma_{ab}^2}, \quad (4.2)$$

kde N je koncentrace elektronů, e a m jsou náboj a hmotnost elektronu, f_{ab}^\pm značí sílu oscilátorů, β_a je pravděpodobnost nalezení elektronu ve stavu $|a\rangle$, ω_{ab} nazýváme rezonanční frekvencí a Γ_{ab} pološířkou čáry. Uvažujeme přechod $|a\rangle \rightarrow |b\rangle$.

Pro paramagnetickou FR a MCD využijeme (4.2), resp. (4.1) a (2.8), resp. (2.9) k odvození teoretického průběhu spekter s paramagnetickými píky.

Pro interpretaci výsledků zkoumaných měďnatých feritů můžeme použít vztah pro paramagnetický přechod tetraedrických Cu^{2+} iontů, u nichž dochází ke štěpení termu ${}^2\text{D}(3\text{d}^9) \rightarrow {}^2\text{T}_2 + {}^2\text{E}$. Platí za těchto předpokladů: symetrie systému je S_4 (následek Jahnových-Tellerových distorzí), uvažujeme spin-orbitální interakci a Zeemanovu interakci, neuvažujeme degenerace základního ani excitovaných stavů [13]. Pak pro komplexní úhel pro paramagnetickou FR a MCD platí [13]

$$\Phi(\omega) = \varphi + i\psi = \varphi_0 + \sum_k I_k \frac{\omega^2 (\omega_k^2 - \omega^2 - \Gamma_k^2) + i\omega\Gamma_k (\omega_k^2 + \omega^2 + \Gamma_k^2)}{(\omega_k^2 - \omega^2 + \Gamma_k^2)^2 + 4\omega^2\Gamma_k^2}, \quad (4.3)$$

kde $I_k \equiv I_{ab} = \frac{Ne^2\Gamma_{ab}}{4m\tilde{n}ce_0} \sum_a \beta_a \sum_b \frac{f_{ab}^+ - f_{ab}^-}{\omega_{ab}}$ má význam intenzity přechodu, ω_k je rezonanční frekvence a Γ_k pološířka k -tého přechodu a $\omega = 2\pi c/\lambda$ úhlová frekvence fotonu o vlnové délce λ . φ_0 představuje FR na pozadí, tzn. příspěvky od vzdálených rezonančních frekvencí.

Spektra FR a MCD tedy můžeme prokládat teoretickou křivkou s parametry ω_k , Γ_k , I_k a φ_0

$$\text{MCD : } y(x) = \sum_k \frac{I_k x \Gamma_k (\omega_k^2 + x^2 + \Gamma_k^2)}{(\omega_k^2 - x^2 + \Gamma_k^2)^2 + 4x^2\Gamma_k^2}, \quad (4.4)$$

$$\text{FR : } y(x) = \varphi_0 + \sum_k \frac{I_k x^2 (\omega_k^2 - x^2 - \Gamma_k^2)}{(\omega_k^2 - x^2 + \Gamma_k^2)^2 + 4x^2\Gamma_k^2} \quad (4.5)$$

nejlépe v uvedeném pořadí s průběžnou kontrolou, jak dobře obě křivky (4.4) a (4.5) vystihují průběh spekter MCD i FR, neboť průběhy FR a MCD jsou svázány Kramersovými-Krönigovými relacemi. Postupně do MCD spektra přidáváme píky ($k = 1, 2, \dots$) s tím, že z rozdílového spektra odhadneme polohu píky v ose x (odpovídá zhruba rezonanční frekvenci $\omega_k > 0$), případně výšku (odpovídá intenzitě I_k , kladné i záporné reálné číslo) a šířku, resp. pološířku píky $\Gamma_k > 0$) na základě již známých parametrů. Z nejlepšího proložení odečteme příslušné hodnoty parametrů. V proložení spekter paramagnetické FR i MCD pro jednoduchost neuvažujeme Lorentzovu-Lorenzovu korekci na lokální pole.

Diamagnetický profil čáry pro FR obdržíme jako rozdíl hodnot ϵ''_{xy} pro dvě vzájemně posunuté rezonanční frekvence ve vztahu (4.2). Wittekoek et al. [16] používá pro interpretaci spekter železitých granátů zjednodušený vztah

$$\epsilon_{xy} = \frac{Ne^2}{\epsilon_0 m} \frac{f \Delta\omega L}{\omega_0} \frac{(\omega_0 - \omega)^2 - \Gamma_0^2 + 2i\Gamma_0(\omega_0 - \omega)}{[(\omega_0 - \omega)^2 + \Gamma_0^2]^2}, \quad (4.6)$$

kde předpokládáme pro rozdíl frekvencí $\Delta\omega \ll \Gamma_0$, N značí počet oktaedrických Fe^{3+} iontů, síla oscilátorů je definovaná $f = (2m\omega_0/Le^2)|P_e^x|^2$ (zde P_e^x je maticový element dipólového přechodu mezi základním a excitovanými stavy) a vztah pro Lorentzovu-Lorenzovu korekci lokálního pole je $L = [(n^2 + 2)/3]^2$.

Silný diamagnetický přechod pozorujeme i ve spektrech našich epitaxních granátových vrstev a zkoumané struktury ve spektru FR *dále od rezonanční frekvence* můžeme prokládat ještě více zjednodušenou teoretickou závislostí (viz [4], str. 295) pro diamagnetickou FR

$$\varphi(\omega) = \varphi_0 \frac{\omega^2 \omega_k}{(\omega_k^2 - \omega^2)^2} M = C_k \frac{\omega^2 \omega_k}{(\omega_k^2 - \omega^2)^2}, \quad (4.7)$$

$$C_k = \varphi_0 M, \quad \varphi_0 = \frac{Ne^2}{\epsilon_0 n m c} f \frac{\Delta\omega}{\omega_k}, \quad (4.8)$$

kde M je magnetický moment základního stavu, N je hustota elektronů, f síla oscilátoru, e náboj elektronu a ω_k rezonanční frekvence. Takto odhadneme parametry C_k a ω_k .

4.3 Výsledky měření a interpretace

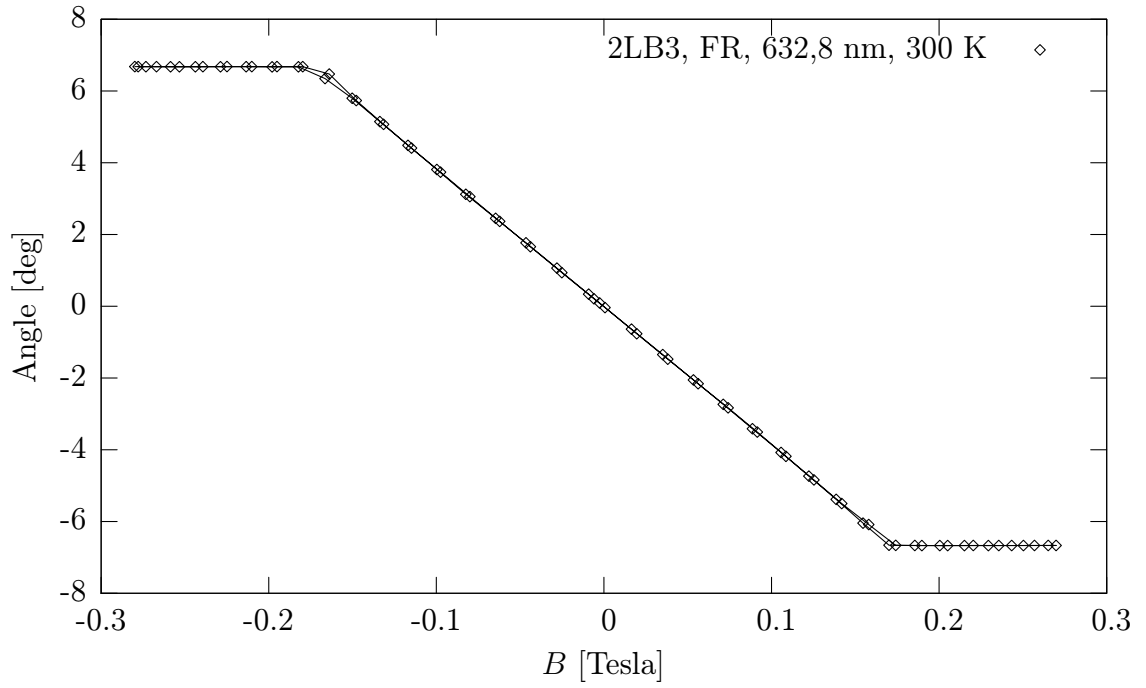
Železité granáty s příměsí bismutu, popř. galia

Tenké vrstvy železitých granátů mají poměrně velkou FR, způsobenou příměsí bismutu, a pole nasycení regulované dopováním galiem (díky vykompenzování magnetických momentů podmřížek substitucí jednoho lichého (tetraedrického) ferimagnetického iontu Fe^{3+} iontem diamagnetického galia. Tyto materiály jsou určeny pro nejrůznější optoelektronické aplikace. Proto je obecným požadavkem jednoduché spektrum FR (bez složitých struktur). Mj. z tohoto důvodu bylo provedeno jen jedno (orientační) měření spektra MCD u vzorku s největší FR. Veliká FR si navíc vyžádala režim vyšší rychlosti otáčení analyzátoru, aby obsluha nemusela příliš dlouho čekat na jeho přetočení do nové zkřížené polohy (při nejmenší rychlosti v řádu minut); tato skutečnost relativní chybu měření významně nezvyšuje. Při měření spektra FR i MCD v oblasti vlnových délek kratších než 580 nm byl použit zelený filtr k potlačení bílého šumu. Všechna měření byla provedena pokud možno za stejných podmínek, tj. **pokožová teplota** a magnetické pole s indukcí **30 mT pro vzorky BiL** a **300 mT pro vzorky LB** a polní závislosti při vlnové délce **632,8 nm** odpovídající čáře He-Ne laseru, pro niž (a vyšší harmonické) byl na samém počátku monochromátor kalibrován.

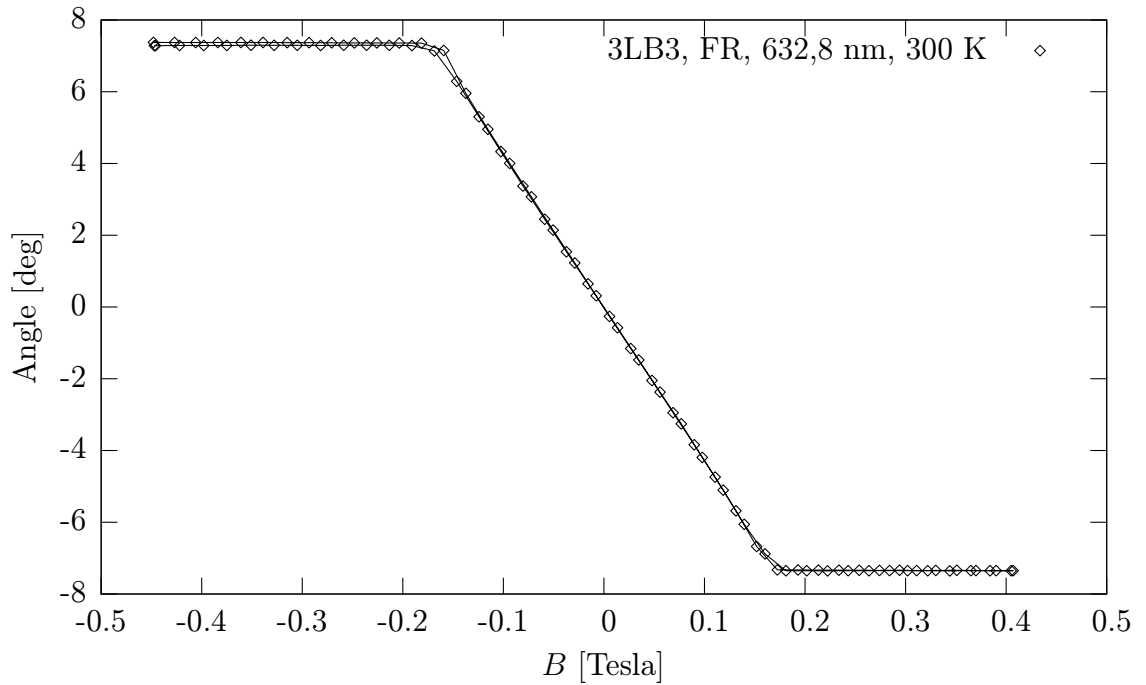
Magnetická indukce pro měření byla stanovena nejdříve (stejná pro všechny vzorky ve skupině), a to přibližně dvojnásobek hodnoty středního pole nasycení vzorku (průsečík přímek proložených hysterezní a horizontální částí smyčky), která se pohybuje okolo 10–15 mT pro vzorky BiL (s příměsí galia) a 170 mT pro vzorky LB (bez galia). Při takto zvolené hodnotě magnetické indukce pole již všechny horizontální části hysterezních smyček při obou směrech změny pole (viz šipky v obr. 4.8 – u dalších vzorků je to obdobné) splývají, měříme tedy v poli nasycení. Viz grafy na obr. 4.6 – 4.11. V hysterezních smyčkách železitých

granátů můžeme pozorovat magnetické domény. U epitaxních granátových vrstev je příspěvek od substrátu relativně velice malý.

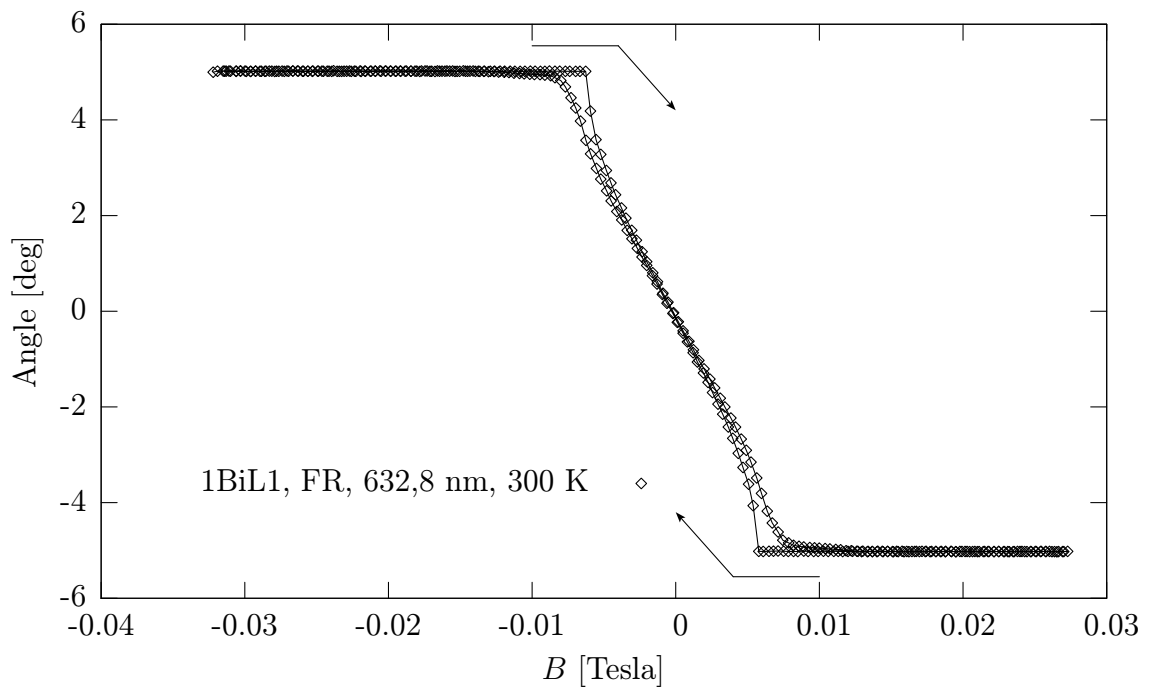
Naměřená a zpracovaná spektra jsou uvedena pro možnost srovnání na obrázcích 4.12–4.19.



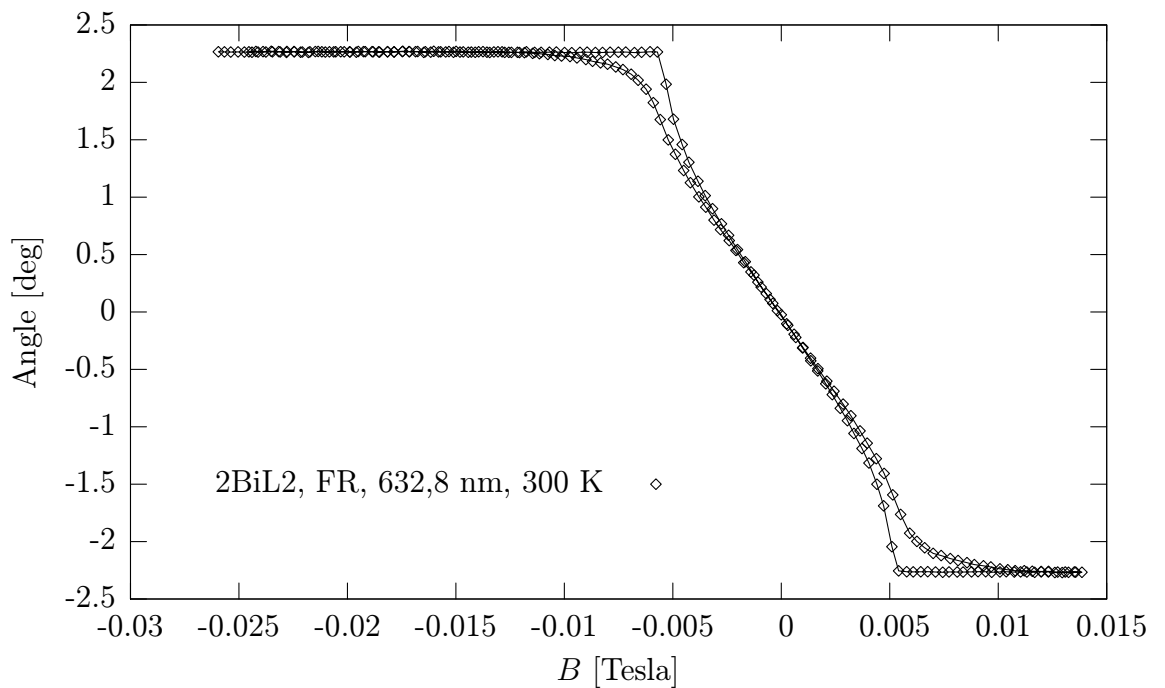
Obrázek 4.6: Měření polní závislosti vzorku 2LB3.



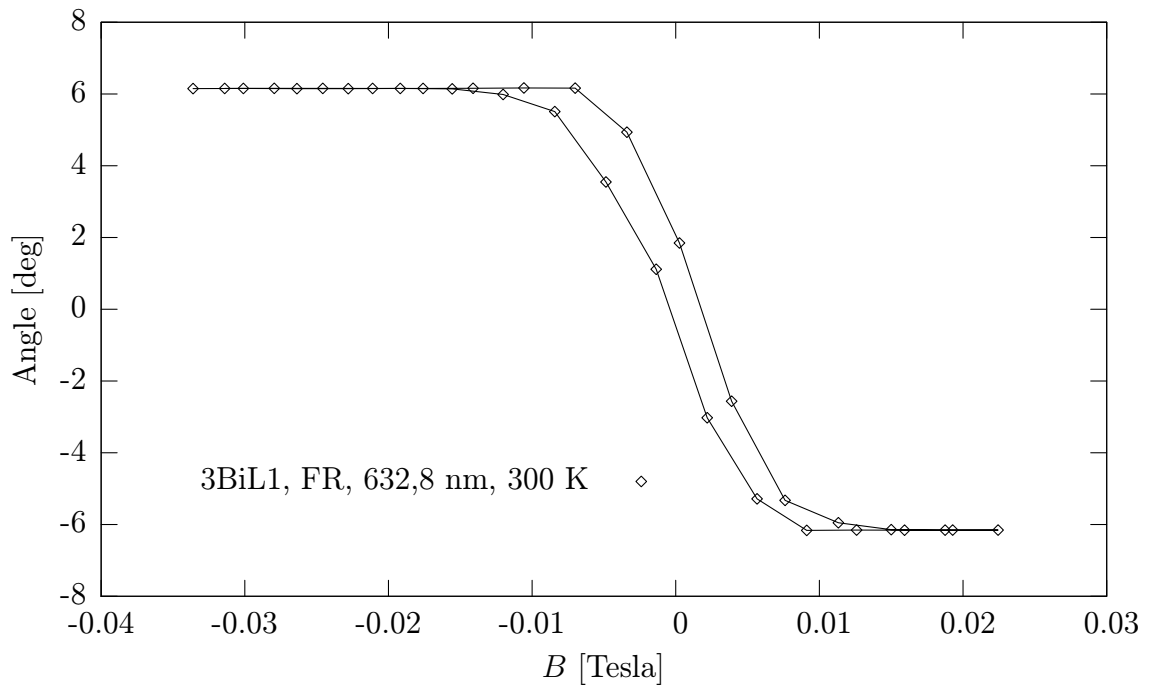
Obrázek 4.7: Měření polní závislosti vzorku 3LB3.



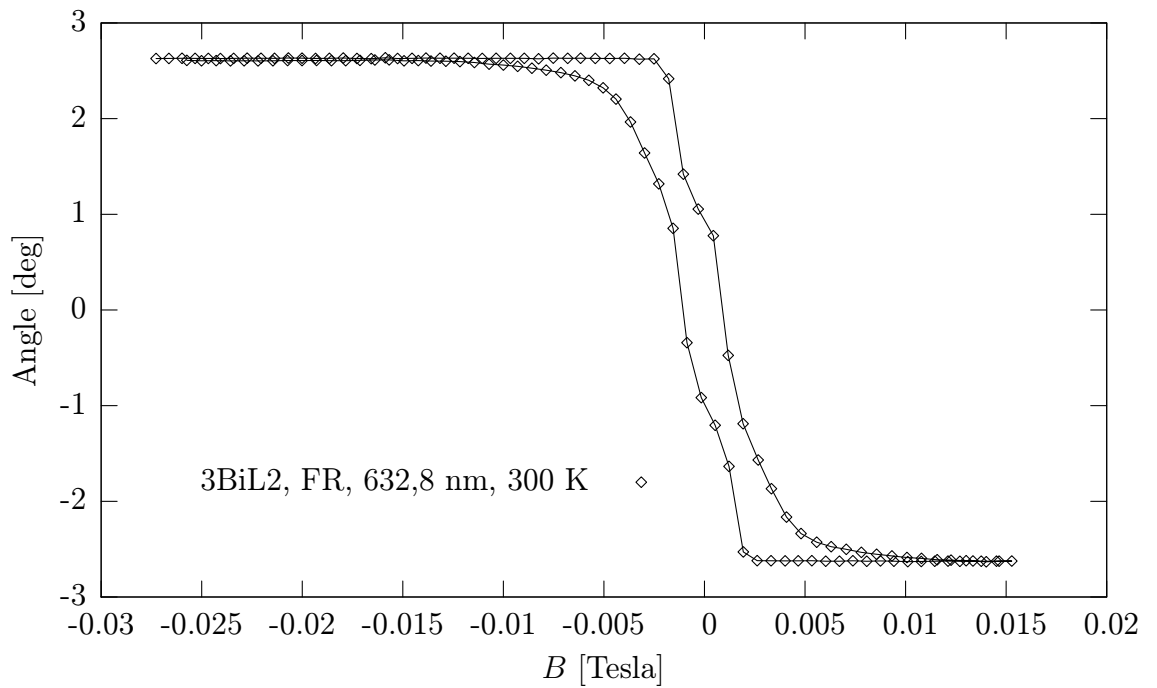
Obrázek 4.8: Měření polní závislosti vzorku 1BiL1, s naznačeným postupem.



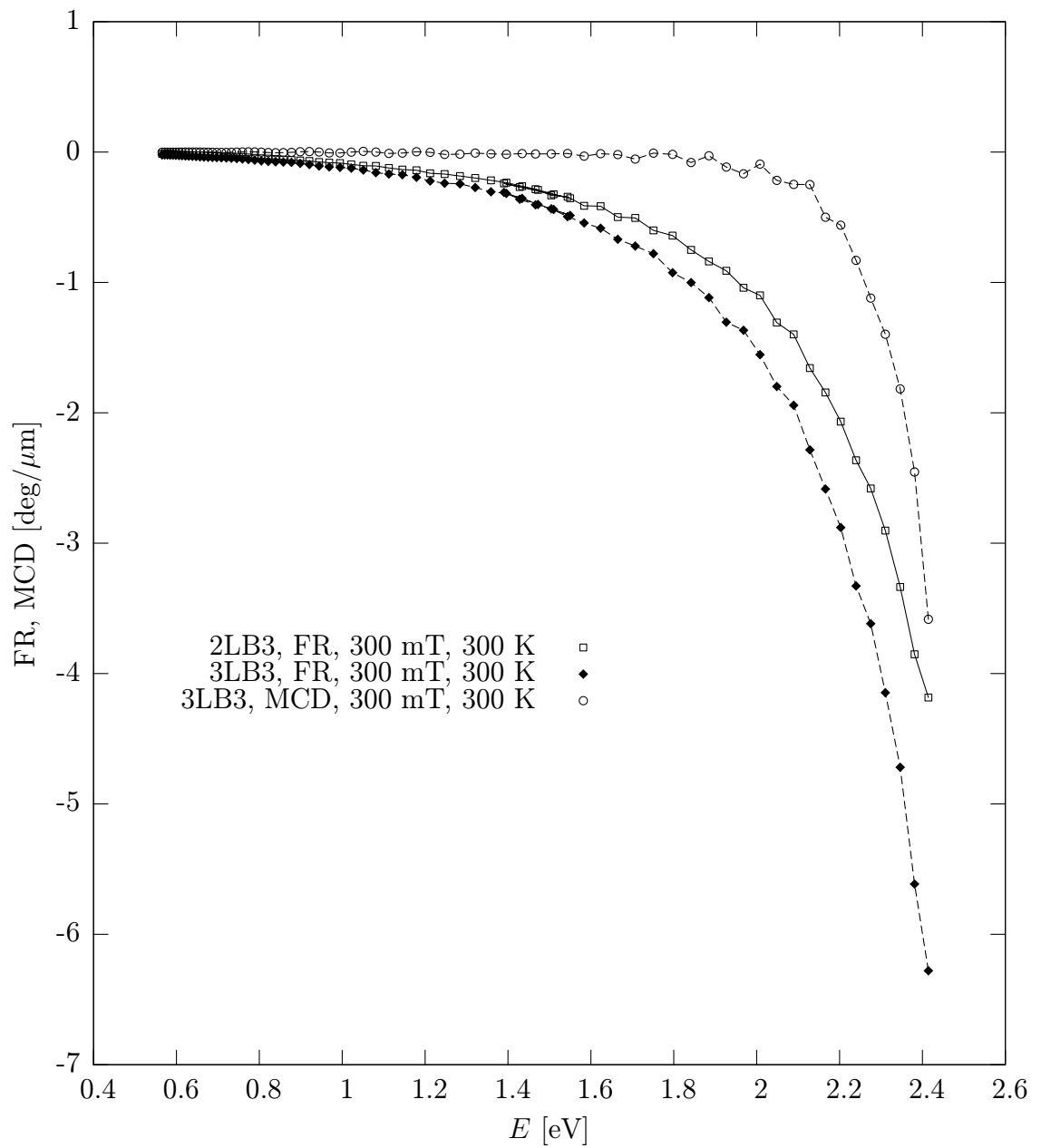
Obrázek 4.9: Měření polní závislosti vzorku 2BiL2.



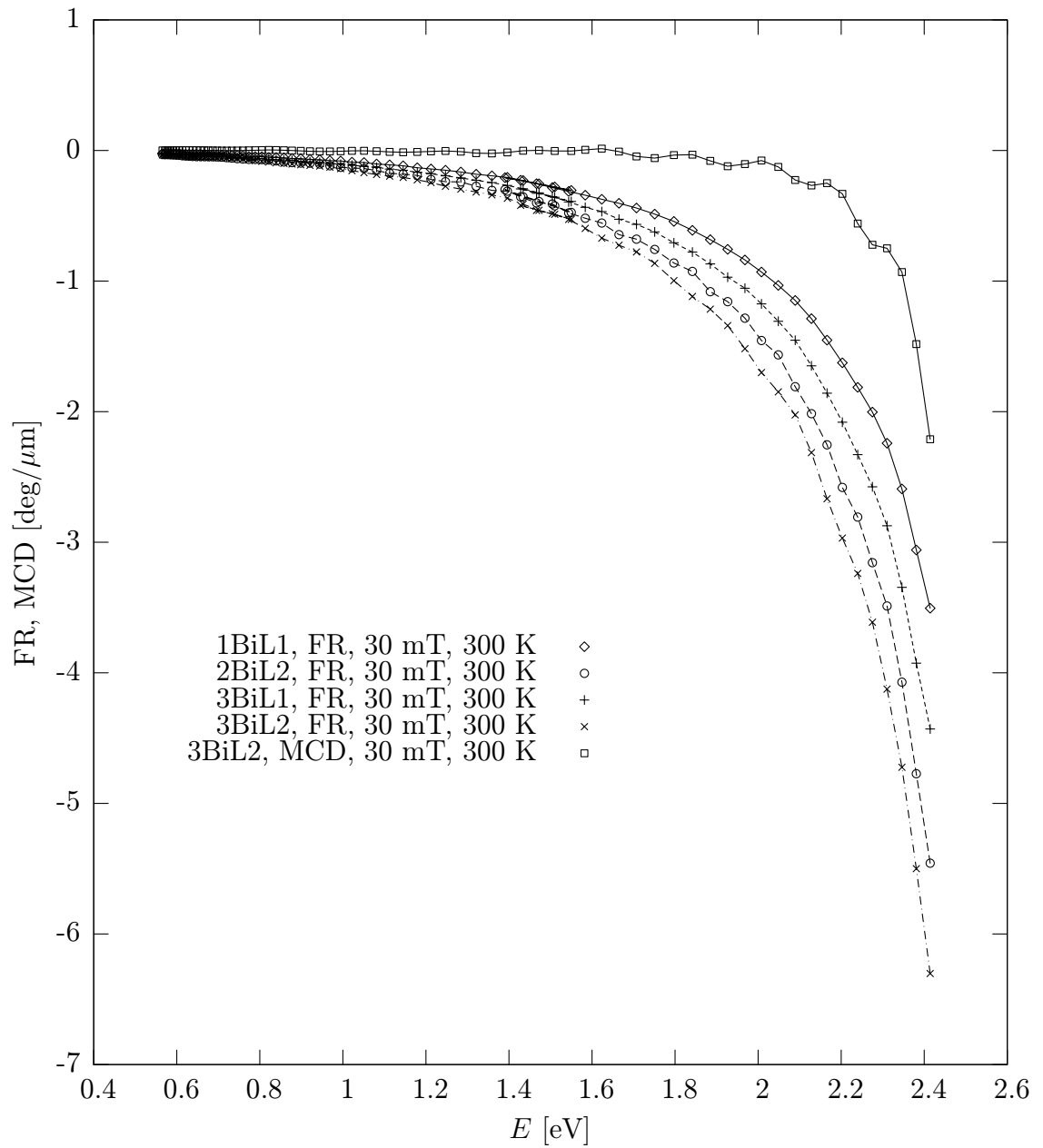
Obrázek 4.10: Měření polní závislosti vzorku 3BiL1.



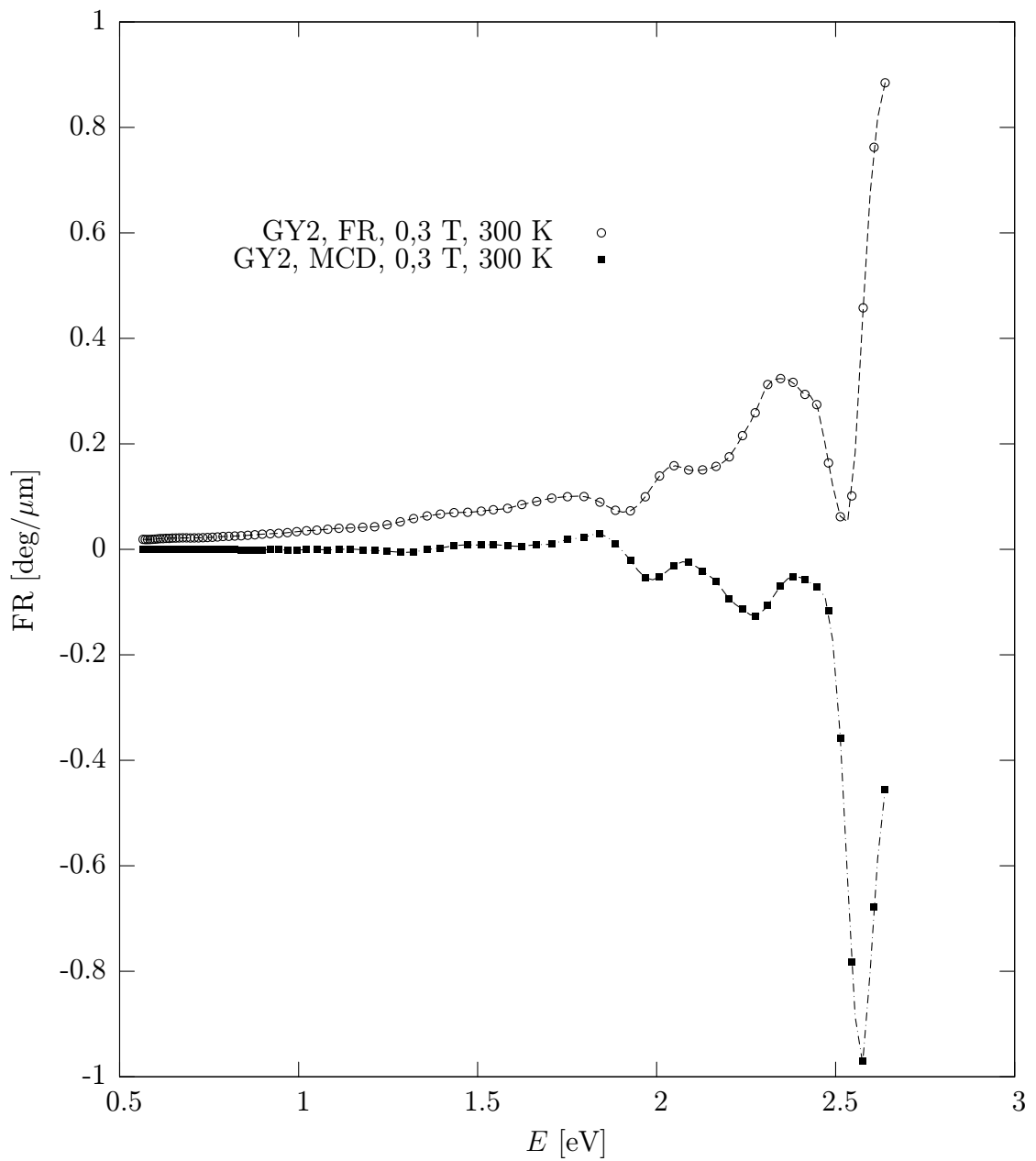
Obrázek 4.11: Měření polní závislosti vzorku 3BiL2.



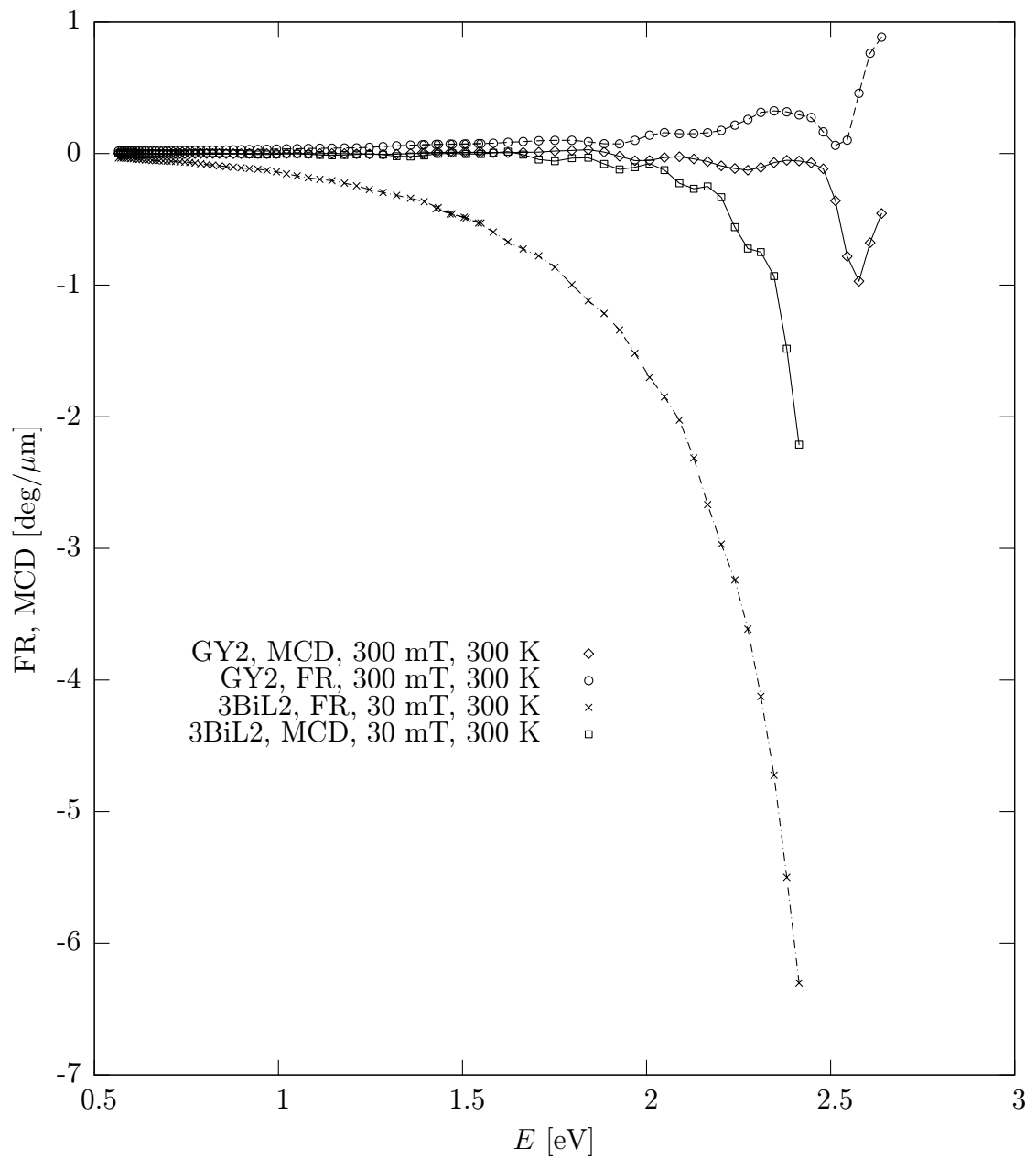
Obrázek 4.12: Spektra vzorků LB – železitých granátů dopovaných Bi.



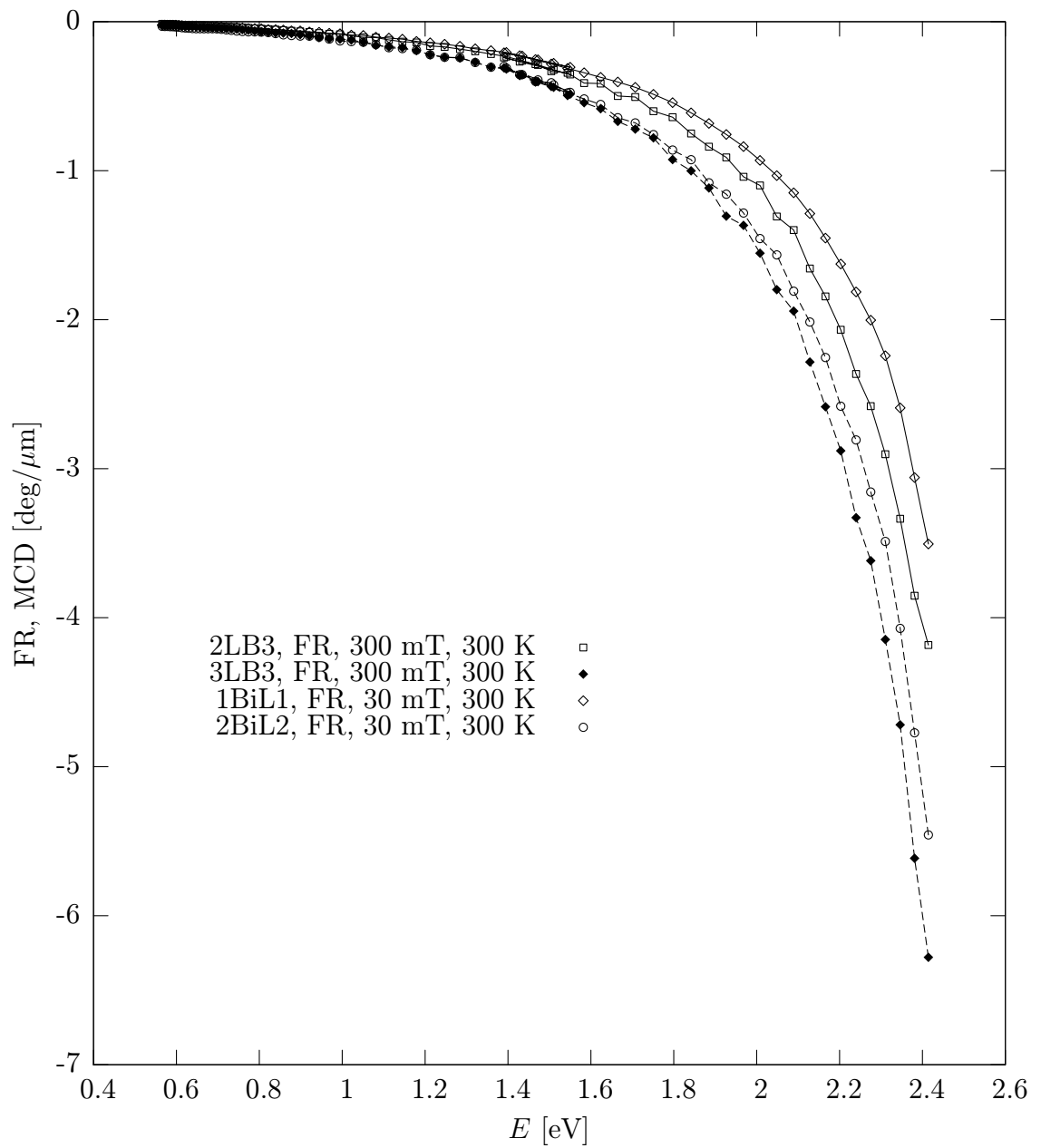
Obrázek 4.13: Spektra vzorků BiL – železitých granátů dopovaných bismutem a galiem.



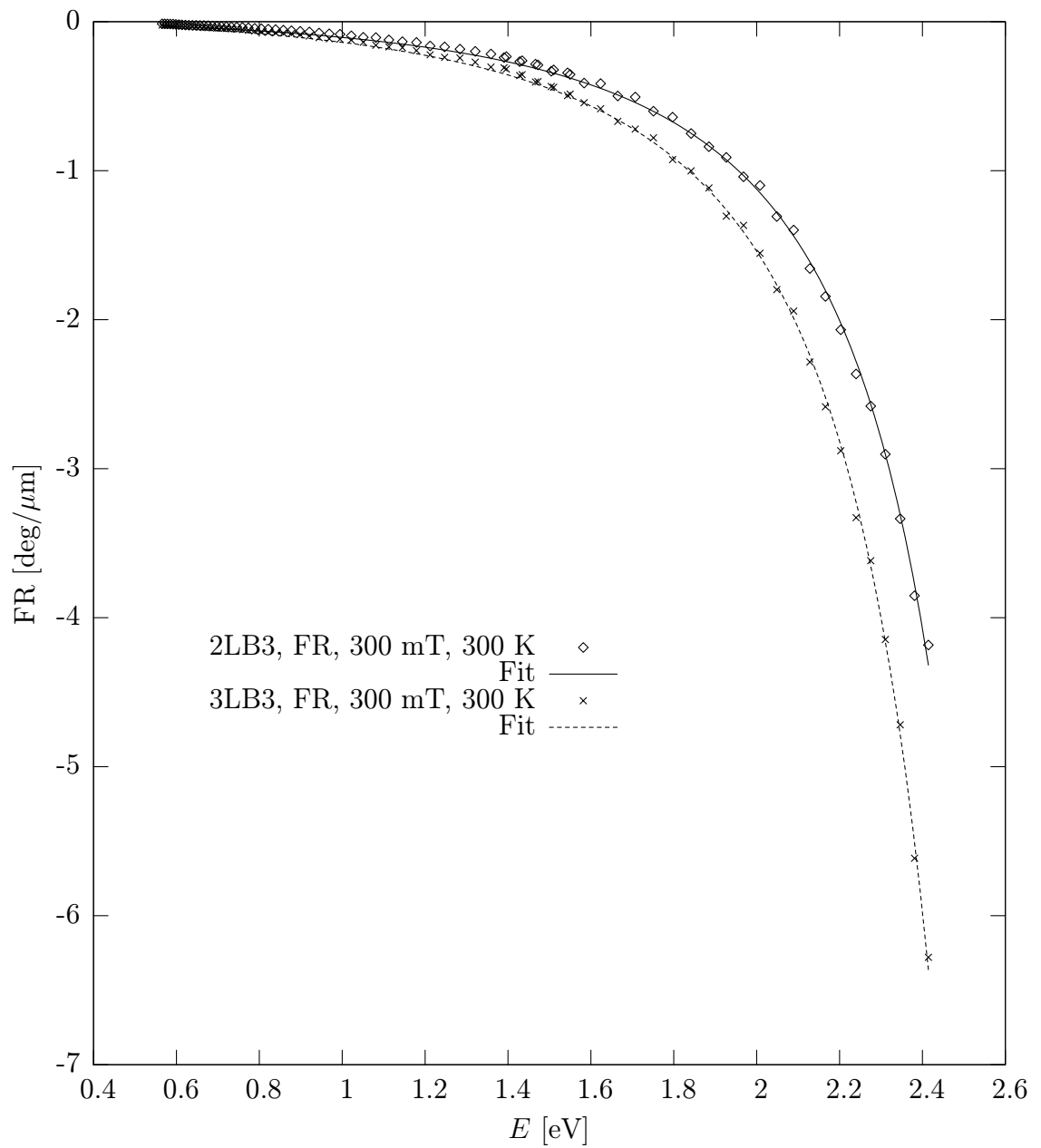
Obrázek 4.14: Spektrum FR a MCD čistého granátu (vzorek GY2) se složitou strukturou příspěvků diamagnetických i paramagnetických.



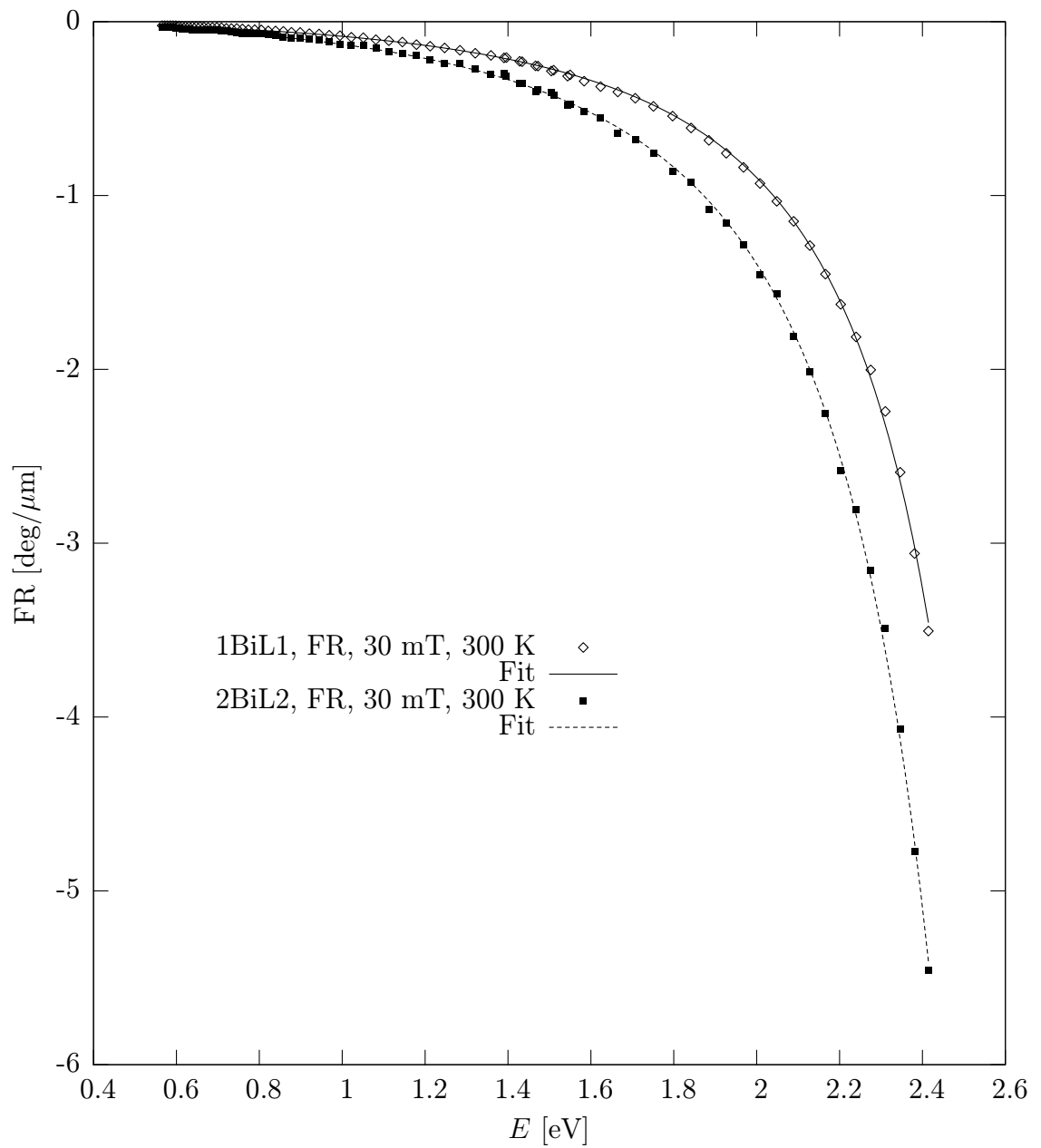
Obrázek 4.15: Srovnání spekter FR a MCD železitého granátu dopovaného Bi (BiL) a čistého granátu (GY2).



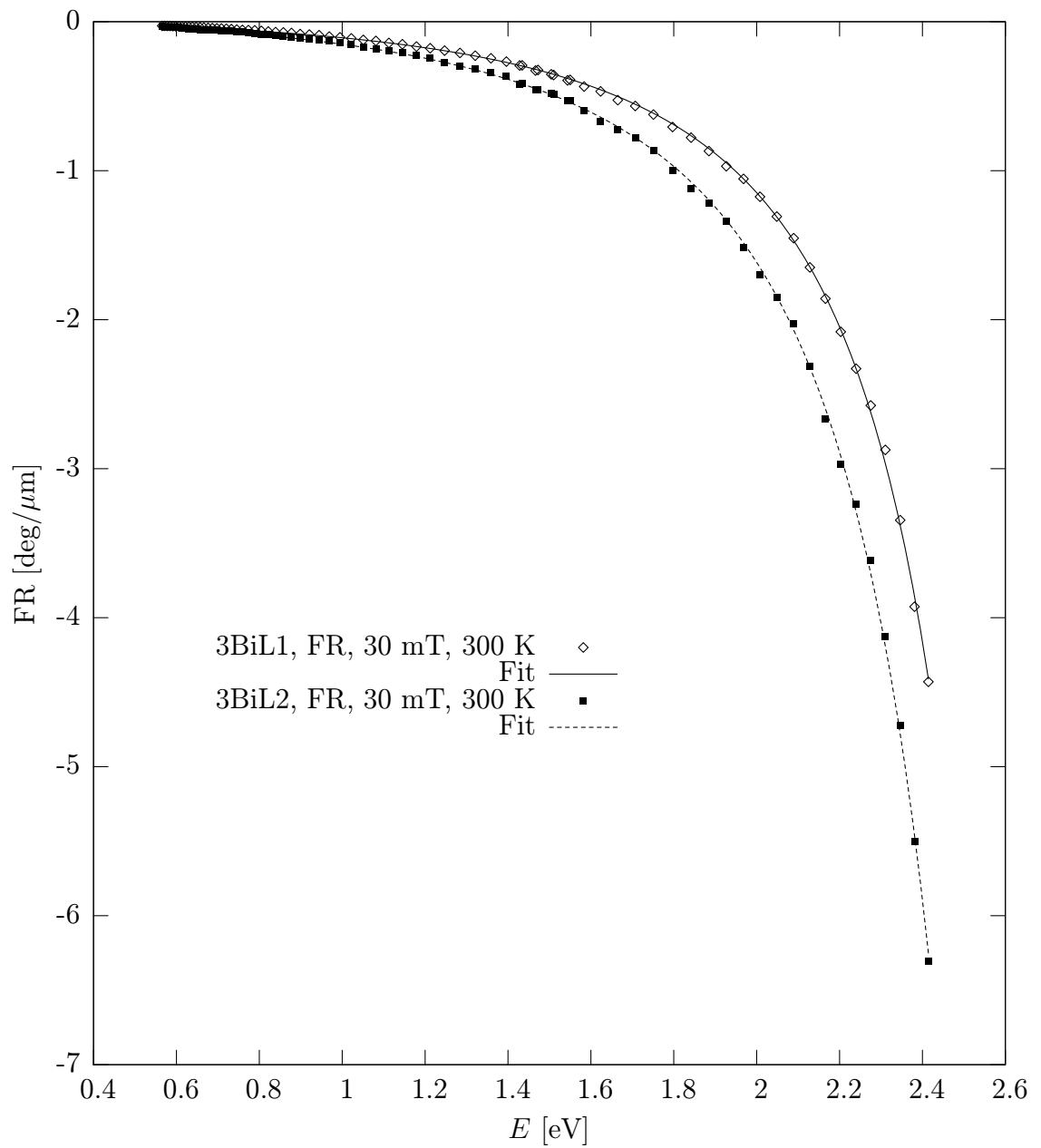
Obrázek 4.16: Spektra vzorků BiL (dop. Bi + Ga) a LB pohromadě – možnost srovnání.



Obrázek 4.17: Fit spektra FR železitých granátů s příměsí Bi (bez Ga) závislosti (4.7).



Obrázek 4.18: Fit spektra FR železitých granátů s příměsí Bi a Ga závislostí (4.7).



Obrázek 4.19: Fit spektra FR železitých granátů s příměsí Bi a Ga závislostí (4.7).

Tabulka 4.3: Železité granáty – parametry fitu v celé měřené oblasti spektra

Vzorek	C_k [deg/ μm]	$\hbar\omega_k$ [eV]
2LB3	-2,15 (4)	2,960 (6)
3LB3	-2,68 (4)	2,916 (4)
1BiL1	-1,71 (2)	2,958 (4)
2BiL2	-2,63 (3)	2,954 (4)
3BiL1	-2,19 (3)	2,960 (4)
3BiL2	-3,06 (3)	2,955 (4)

C_k – odhad intenzity přechodu,
 ω_k – odhad rezonanční frekvence

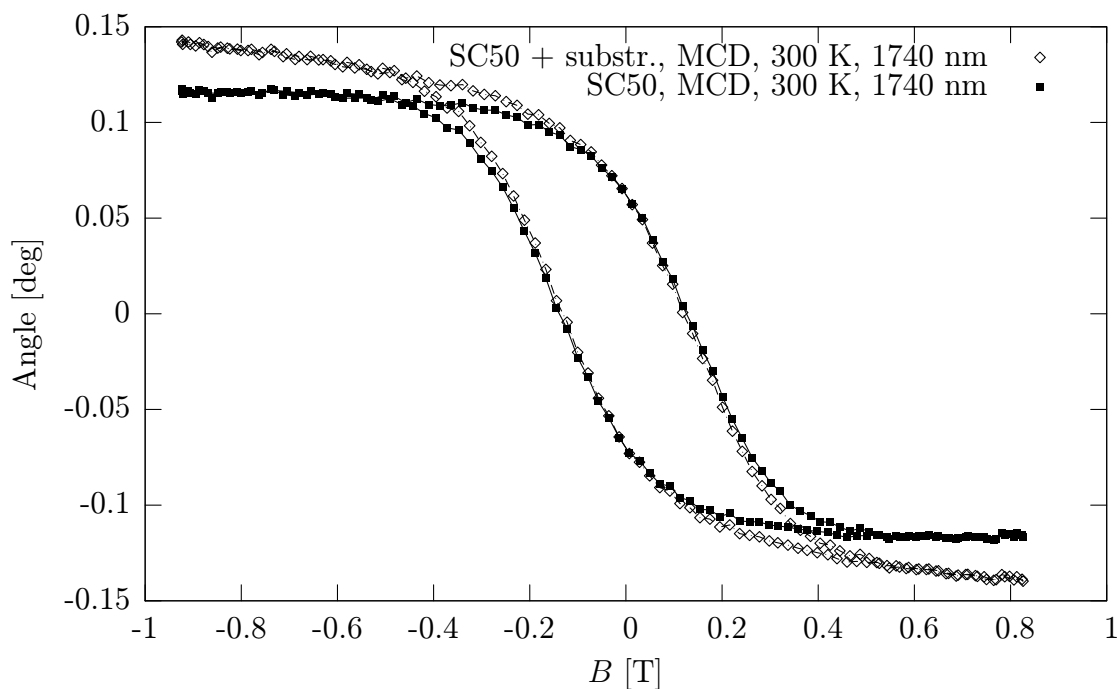
Železité granáty s příměsí bismutu, popř. galia

Měřením jsme ověřili, že studované vzorky mají poměrně jednoduchá spektra (nepatrné oscilace odpovídají čistému granátu obecně) a především vysokou hodnotu FR ve viditelné oblasti. Tu způsobuje příměs bismutu (viz srovnání se spektrem čistého granátu na obr. (4.15)), který MO jevy zvětšuje a přibližuje tak železité granáty k aplikačnímu využití. Příměs galia má důvod pro vykompenzování pole nasycení téměř na nulu, což je rovněž důležitá podmínka pro využití v praxi (vzhledem k rozměrům potřebného elektromagnetu). Parametry získané fitováním spektra FR na obr. 4.17–4.19 teoretickou závislostí (4.7) jsou shrnuty v tabulce 4.3. Vidíme, že odhadnutá rezonanční frekvence silného diamagnetického přechodu leží v intervalu $(2,96 \pm 0,01)$ eV a mění se intenzita tohoto přechodu (podle koncentrace x iontů Bi).

Nakonec uvedme další výhodu granátů: je to především jejich stálost a lepší odolnost proti mechanickému poškození.

Měďnaté ferity

Tenké vrstvy měďnatých feritů mají obecně malou FR a poměrně velké pole nasycení. Příspěvek substrátu je významný (viz tab. 4.4). Změřené polní závislosti lze nalézt na obrázcích 4.20–4.22. Vzorky C3 a SC50 byly měřeny jednak při pokojové teplotě (v poli 0,6 T), jednak při teplotě kapalného dusíku (v poli 0,82 T).



Obrázek 4.20: Měření polní závislosti vzorku SC50 v uspořádání MCD při pokojové teplotě a odhad příspěvku substrátu.

Změřené průběhy spekter FR a MCD (zpracované programem PPP4.exe) jsou společně s teoretickými křivkami uvedeny v grafech na obr. 4.23–4.26. Parametry získané příkazem `fit [xstart:xend] <f(x)> <data> via <parameters>` programu GNUPLOT jsou shrnuty v tabulkách 4.5 a 4.6.

Tabulka 4.4: Měďnaté ferity – odhad příspěvku substrátu

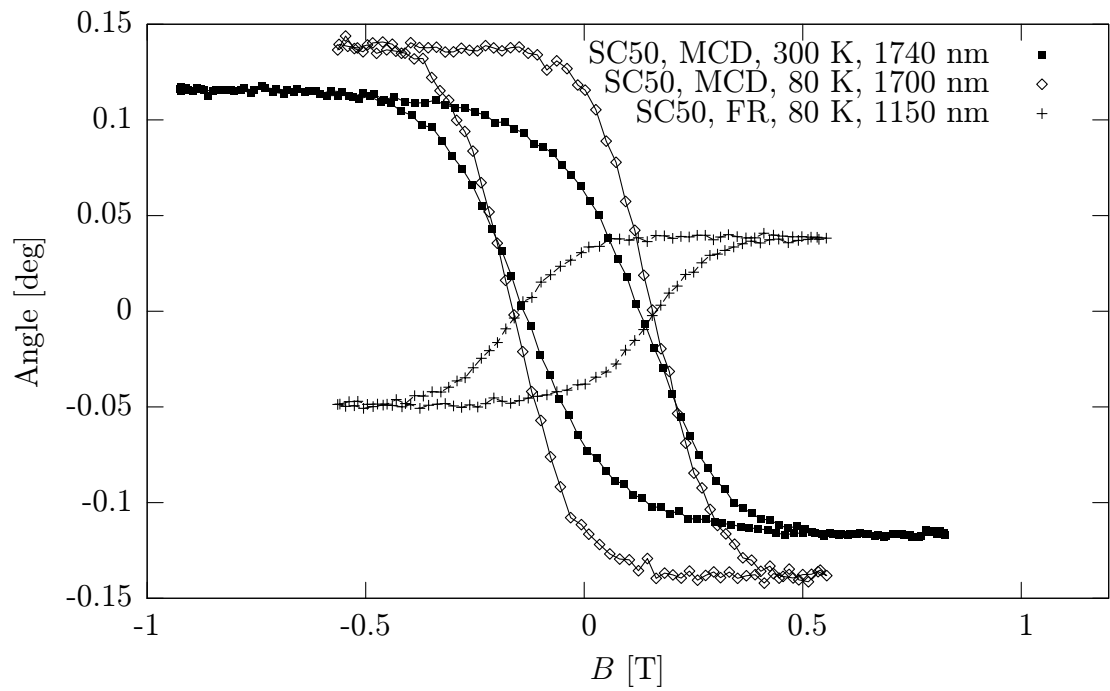
Vzorek	Uspořádání	T [K]	λ [nm]	Směrnice [deg/T]
SC50	MCD	300	1740	$-0,028 \pm 0,007$
SC50	FR	80	1150	$0,330 \pm 0,007$
SC50	MCD	80	1700	$-0,078 \pm 0,014$
C3	MCD	80	1700	$-0,020 \pm 0,002$

Tabulka 4.5: Vzorek SC50 – parametry fitu v oblasti 0,5–1,0 eV

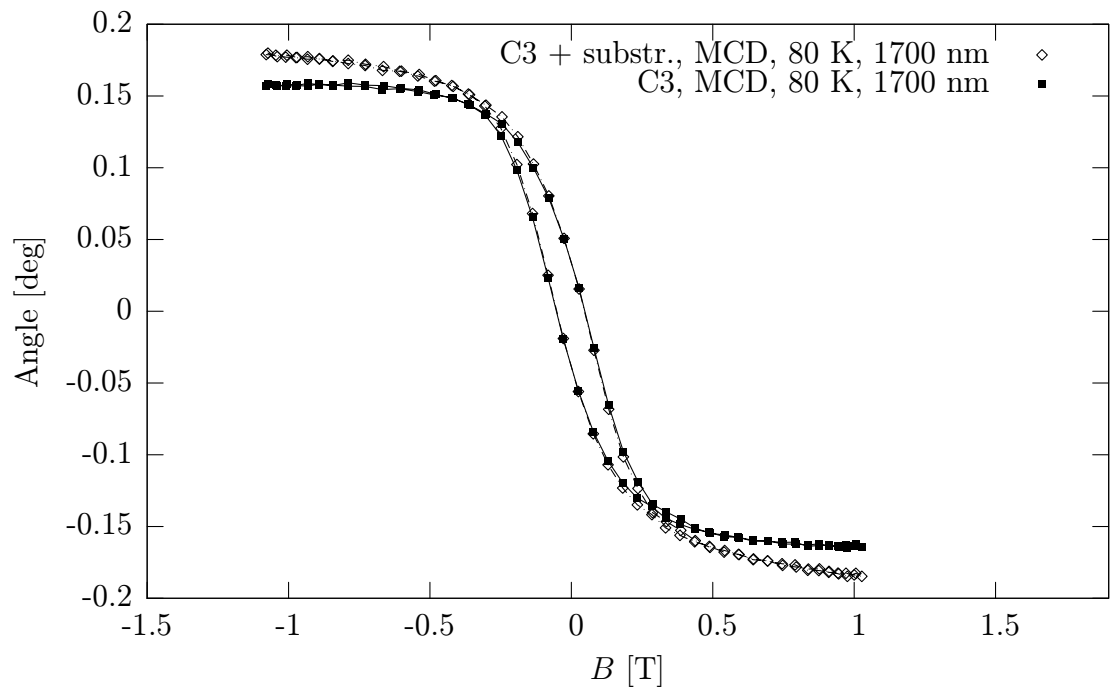
T	k	I_k [deg/ μm]	$\hbar\omega_k$ [eV]	$\hbar\Gamma_k$ [eV]
300 K	1	$0,018 \pm 0,002$	$0,714 \pm 0,002$	$0,040 \pm 0,002$
	2	$-0,018 \pm 0,002$	$0,882 \pm 0,003$	$0,079 \pm 0,008$
80 K	1	$0,0160 \pm 0,0005$	$0,7323 \pm 0,0004$	$0,0274 \pm 0,0007$
	2	$-0,024 \pm 0,002$	$0,881 \pm 0,002$	$0,063 \pm 0,002$
	3	$0,0036 \pm 0,0004$	$0,681 \pm 0,002$	$0,026 \pm 0,003$
	4	$0,0038 \pm 0,0007$	$0,824 \pm 0,002$	$0,031 \pm 0,004$

Tabulka 4.6: Vzorek C3 – parametry fitu v oblasti 0,5–1,1 eV

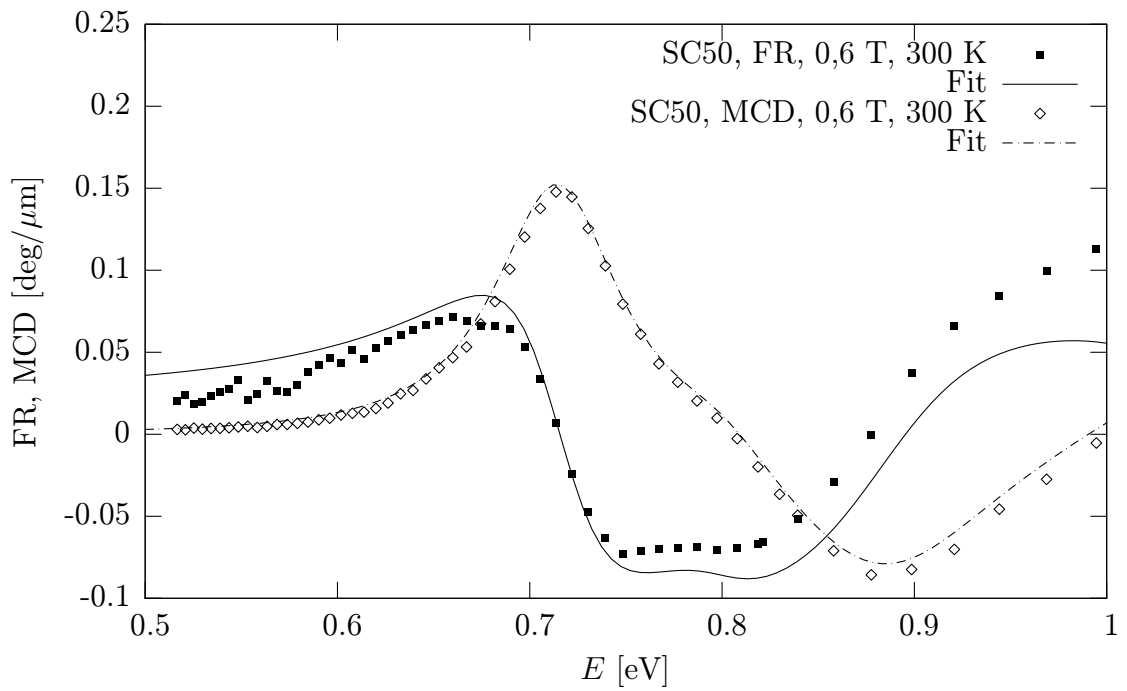
T	k	I_k [deg/ μm]	$\hbar\omega_k$ [eV]	$\hbar\Gamma_k$ [eV]
300 K	1	$0,043 \pm 0,002$	$0,715 \pm 0,003$	$0,035 \pm 0,001$
	2	$-0,029 \pm 0,001$	$0,864 \pm 0,002$	$0,056 \pm 0,002$
	3	$0,015 \pm 0,002$	$0,675 \pm 0,002$	$0,034 \pm 0,002$
	4	$-0,0021 \pm 0,0008$	$0,819 \pm 0,003$	$0,023 \pm 0,009$
80 K	1	$0,059 \pm 0,002$	$0,724 \pm 0,002$	$0,036 \pm 0,002$
	2	$-0,041 \pm 0,002$	$0,868 \pm 0,002$	$0,051 \pm 0,002$
	3	$0,021 \pm 0,001$	$0,6766 \pm 0,0009$	$0,025 \pm 0,002$
	4	$-0,012 \pm 0,003$	$0,796 \pm 0,006$	$0,049 \pm 0,013$



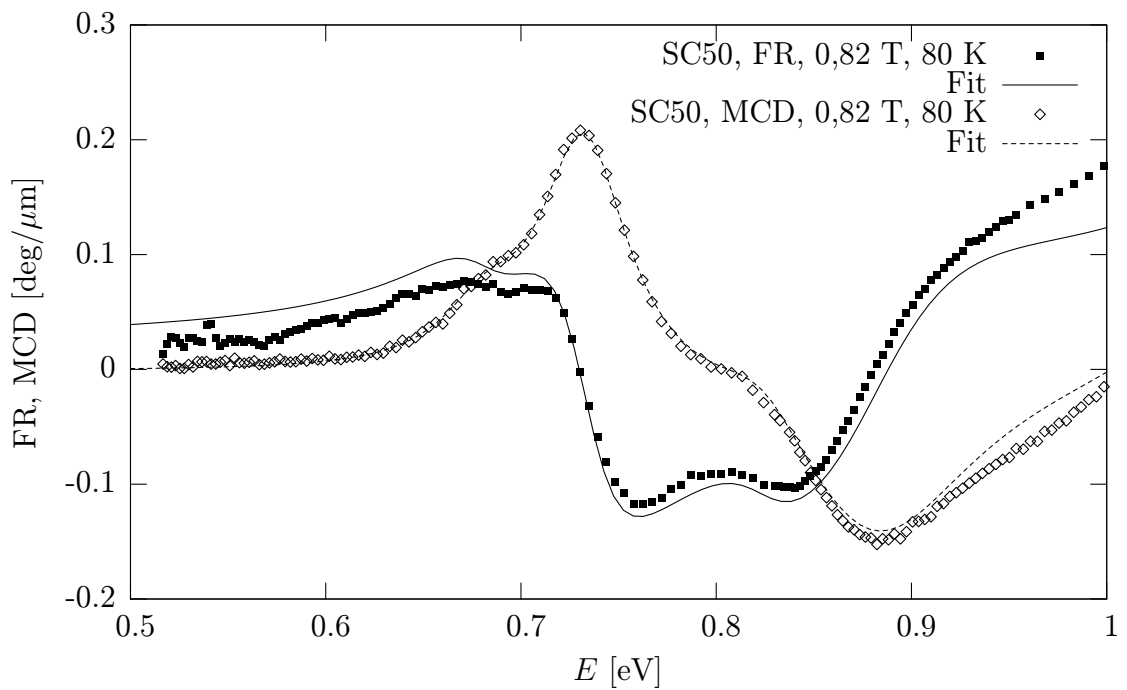
Obrázek 4.21: Měření polní závislosti vzorku SC50 v uspořádání MCD při dvou teplotách, srovnání při uspořádání FR – smyčky jsou korigované na substrát, příp. okna kryostatu.



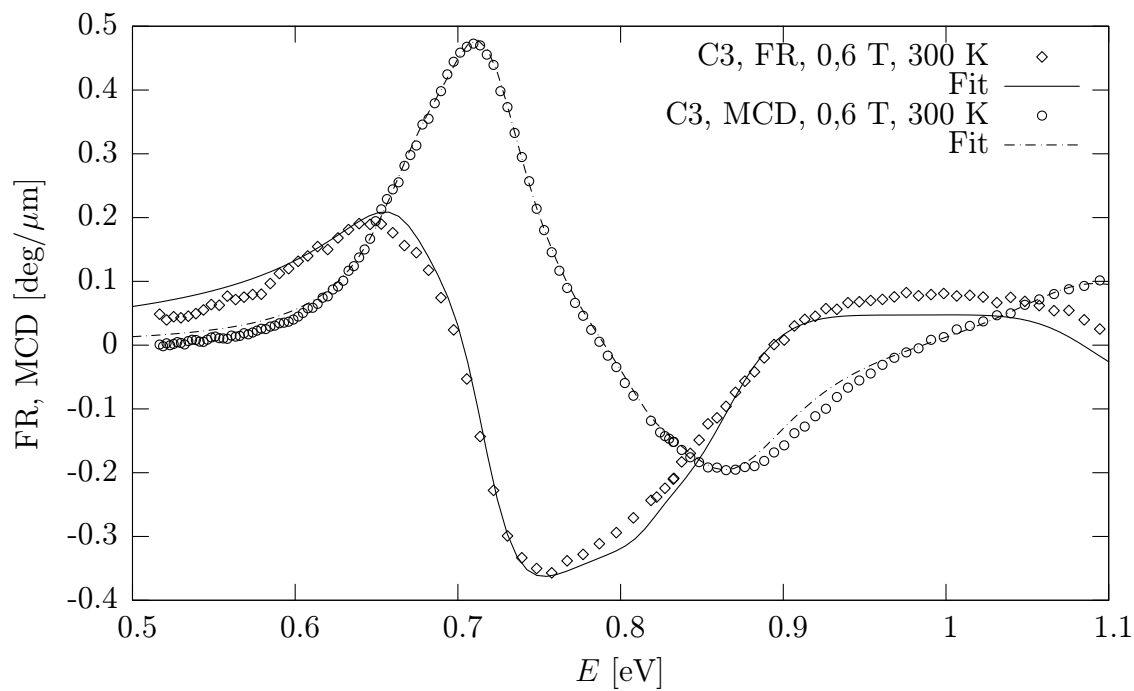
Obrázek 4.22: Měření polní závislosti vzorku C3 v uspořádání MCD při teplotě 80 K a hysterezní smyčka po odečtení příspěvku substrátu i oken kryostatu.



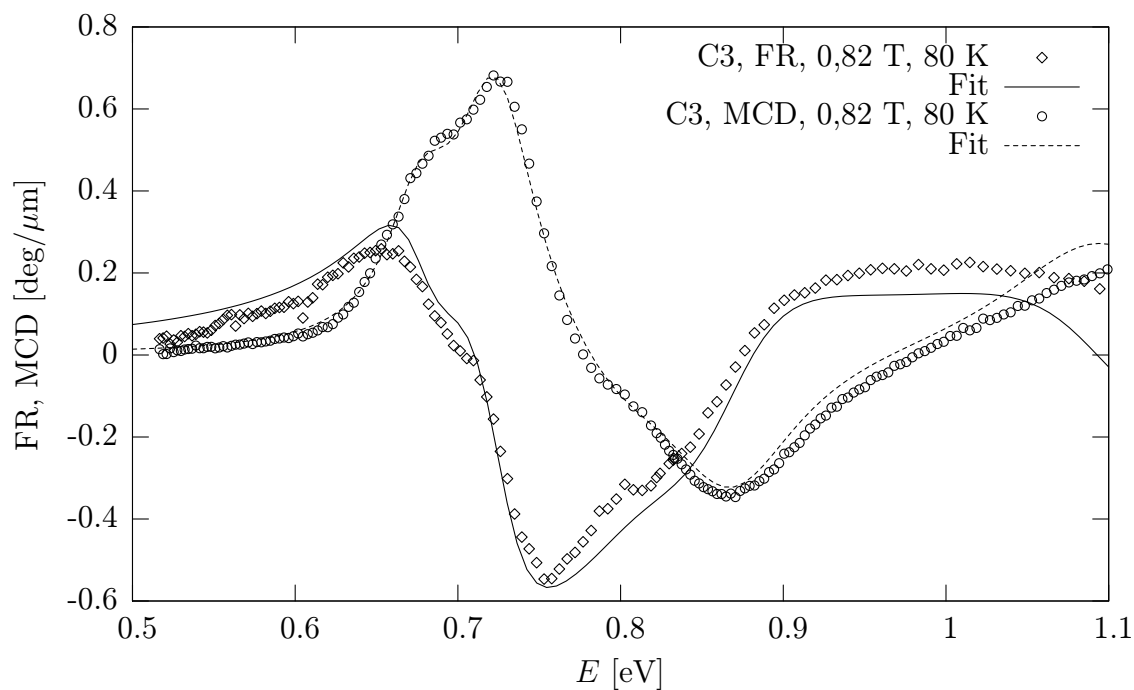
Obrázek 4.23: Spektrum FR i MCD vzorku SC50 při pokojové teplotě.



Obrázek 4.24: Spektrum FR i MCD vzorku SC50 při 80 K.

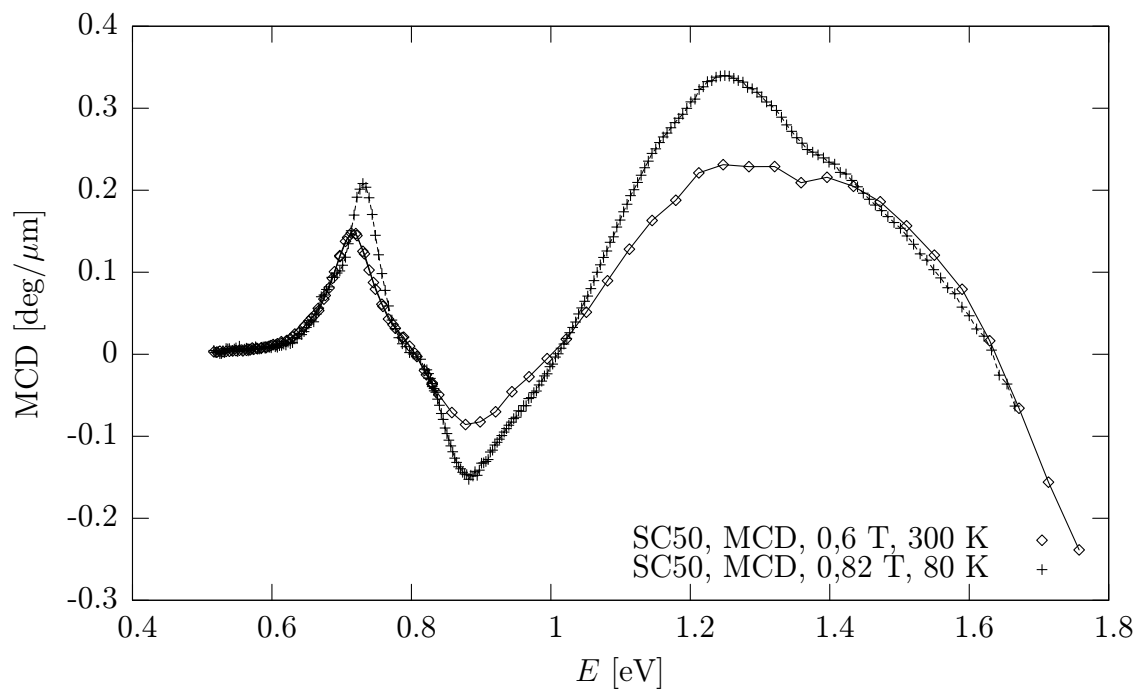


Obrázek 4.25: Spektrum FR i MCD vzorku C3 při pokojové teplotě.

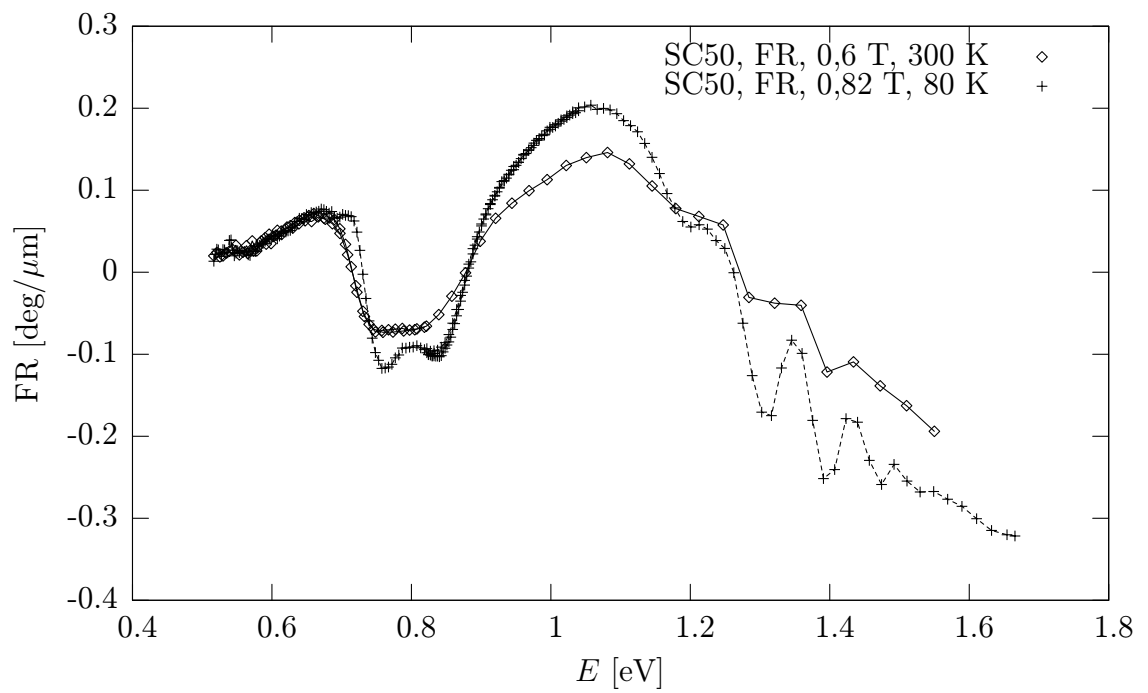


Obrázek 4.26: Spektrum FR i MCD vzorku C3 při 80 K.

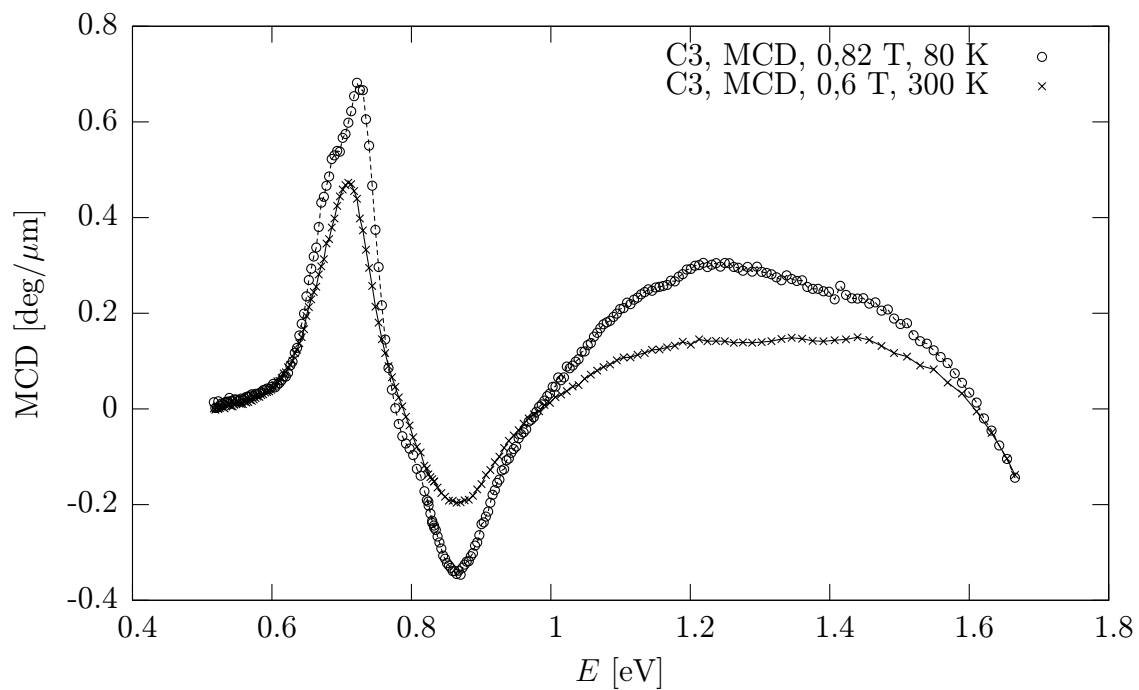
Po proměření spekter FR a MCD jsme se zaměřili na interpretaci infračervené oblasti s fotonovými energiemi 0,5–1,0 eV. Zatímco MO jevy nad 1 eV jsou interpretované přechody iontů Fe^{3+} [13], [12] a jsou výrazně větší než příspěvek od Cu^{2+} , studovaná infračervená struktura je spojena s přechody v iontech Cu^{2+} . Spektra zakaleného (C) i pomalu chlazeného (SC) vzorku mají podobnou strukturu, avšak u zakaleného vzorku pozorujeme více než dvojnásobné amplitudy MO jevů. Tuto skutečnost Kučera a kol. [13] vysvětluje vyšší koncentrací Cu^{2+} iontů v tetraedrických polohách. Původem charakteristických struktur je rozdíl populací v základním Kramersově dubletu [13]. Naše MO měření tak poskytují jasný kvantitativní důkaz pro přeuspořádání iontů Cu mezi oktaedrickými a tetraedrickými polohami v závislosti na teplotě stabilizačního teplotního zpracování po přípravě vzorků. Rovněž tomu odpovídá změna hodnoty pole nasycení (viz tab. 4.2), že zakalený vzorek má tuto hodnotu nižší. Výsledná magnetizace v měděnatých feritech je dána rozdílem magnetických momentů atomů v oktaedrických a tetraedrických polohách [12]. Když se Cu^{2+} iont přemísťuje do tetraedrické pozice, počet Fe^{3+} iontů v oktaedrických polohách roste na úkor jejich obsazení v tetraedrických polohách. Proto je pole nasycení nižší, zatímco v důsledku zvýšení magnetického momentu podmříže pozorujeme vyšší hodnoty MO jevů u zakaleného vzorku C3 (viz grafy na obr. 4.31 a 4.32, příp. článek Desaiho a kol. [12]). Již ve spektrech při pokojové teplotě lze tušit náznak jemnějšího štěpení, které vynikne až při nízké teplotě – viz grafy na obr. 4.27–4.30.



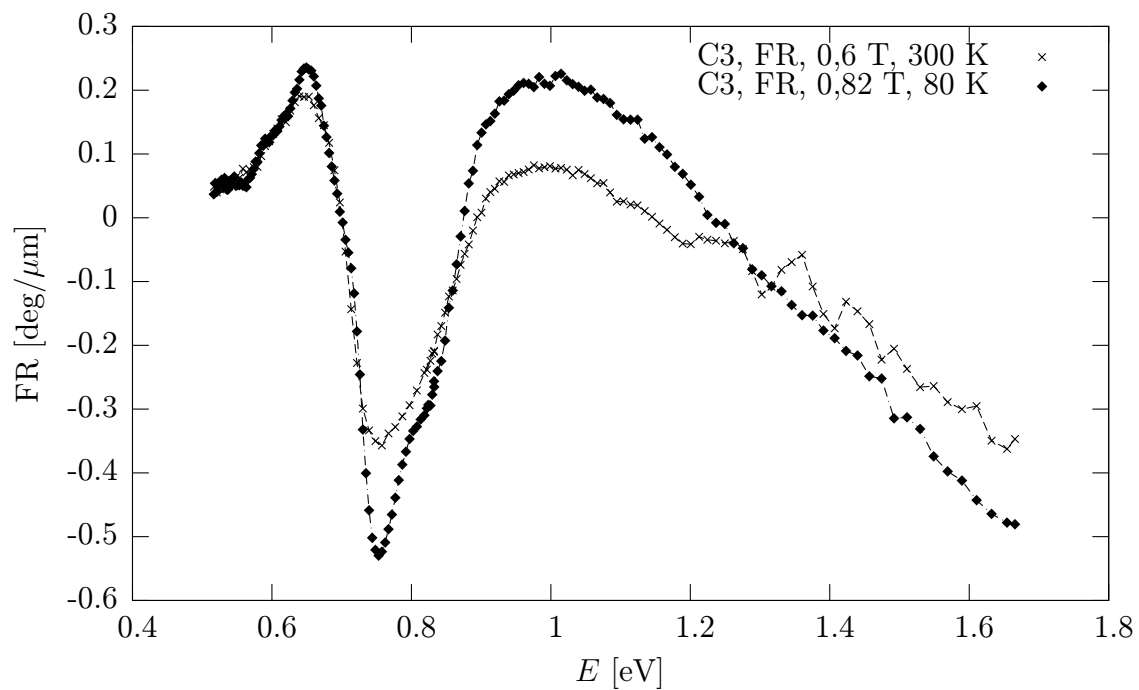
Obrázek 4.27: Porovnání spekter MCD vzorku SC50 při různých teplotách.



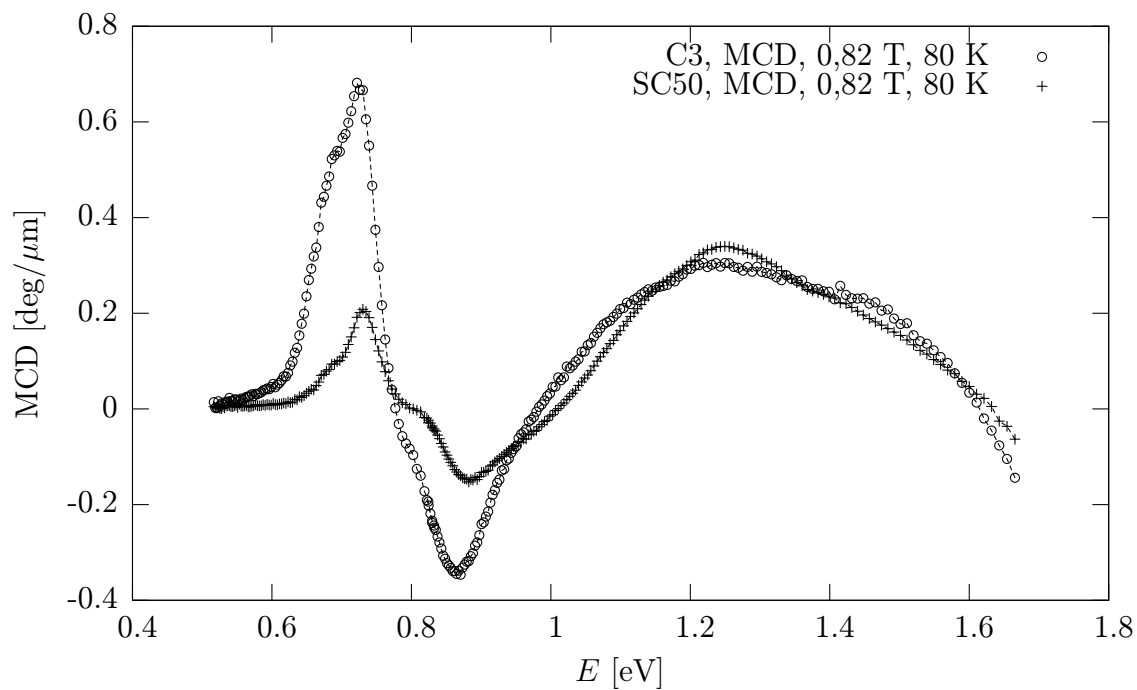
Obrázek 4.28: Porovnání spekter FR vzorku SC50 při různých teplotách.



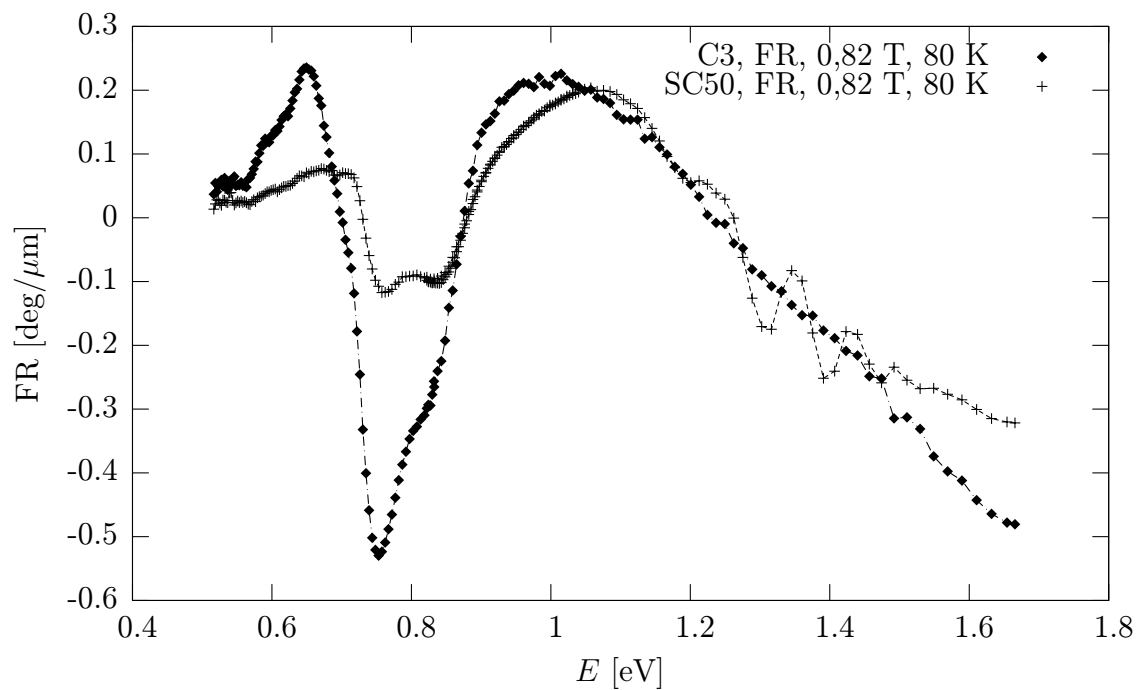
Obrázek 4.29: Porovnání spekter MCD vzorku C3 při různých teplotách.



Obrázek 4.30: Porovnání spekter FR vzorku C3 při různých teplotách.



Obrázek 4.31: Porovnání spekter MCD vzorků C3 a SC50 při nízké teplotě.



Obrázek 4.32: Porovnání spekter FR vzorků C3 a SC50 při nízké teplotě.

4.4 Diskuse

Experimentální data můžeme považovat za poměrně přesná a spolehlivá, a to díky statistickému sběru dat při optimálním signálu: pro železité granáty (LB, BiL) bylo nastaveno 100 měření po 0,1 s, pro měďnaté ferity (C, SC) obdobně a příp. až 200 měření po 0,1 s. Doba měření 10–20 s na každý bod byla dostatečná pro malý šum. O spolehlivosti měření ujišťuje měření spekter FR i MCD, která byla ve všech případech ve vzájemném souladu (s výjimkou úseku spektra FR 1,25–1,45 eV mimo interpretovanou IR oblast a měřeného s modulátorem HR, viz obr. 3.6, 4.28, 4.30, 4.32; díky provázanosti FR a MCD byla tato skutečnost odhalena).

Měření spekter FR železitých granátů (BiL, LB) je velmi přesné díky velké hodnotě MO jevů (ve viditelné oblasti do 0,4 %, v IR oblasti spektra až 10 %) a jsou v souladu s příslušnými spektry MCD. Měření měďnatých feritů má největší absolutní chybu asi $0,005^\circ$ (tj. do 20 úhl. minut, dvojnásobek min. úhlového kroku analyzátoru), odpovídající rel. chyba je v řádu procent).

Spektra FR a MCD se podařilo proložit teoretickými závislostmi ideálně pro dva silné paramagnetické příspěvky, při nízké teplotě vystoupily navíc dva slabší příspěvky odpovídající jemnému štěpení čar tetraedrických Cu^{2+} iontů; grafy na obr. 4.23–4.26 reprezentují průměrné hodnoty parametrů z ideálního proložení FR a MCD. Takto nalezené parametry jsou si poměrně blízké, což nás ujišťuje o jejich správnosti, a dobře vystihují strukturu spekter FR a MCD, přičemž teoretická závislost se od experimentálních dat liší zhruba na úrovni chybových úseček. Na kraji spektra blíže k vyšším fotonovým energiím se již začínají projevovat mnohem silnější příspěvky od iontů Fe^{3+} , proto jsou tamější odchylky výraznější. Prokládání spekter více než dvěma rezonančními křivkami se ukázalo být poměrně složité, zejména z důvodu polohy píku (rezonanční frekvence) vs. znaménko intenzity přechodu I_k , tzn. orientace píku. Napomohlo tomu srovnání spektra FR i MCD měřeného za pokojové teploty i při teplotě kap. dusíku, kdy se jemnější struktury zvýrazní. Odpovídající si struktury se podařilo řeckně nezávislým prokládáním identifikovat jak při nízké, tak při pokojové teplotě. Parametry fitu (viz tabulky 4.5 a 4.6) jsou si pro různé teploty i vzorky poměrně blízké. Ukázka z prokládání experimentálních dat je uvedena v příloze 6.4.

Můžeme tedy konstatovat, že vzorky C3 a SC50 mají dva významné přechody s vyšší intenzitou vzájemně opačného znaménka na rez. frekvencích odpovídajících energiím fotonů $(0,72 \pm 0,01)$ eV a $(0,87 \pm 0,01)$ eV. U vzorku C3 byly úspěšně identifikovány dva slabší rezonanční přechody (rovněž s opačnými znaménky intenzit) na $(0,81 \pm 0,01)$ eV, jenž byl pozorován i v nízkoteplotním spektru SC50 na 0,82 eV, a $(0,676 \pm 0,001)$ eV, jemuž odpovídá přechod na 0,68 eV (SC50, 80 K, $k = 3$), který nebylo možné identifikovat při pokojové teplotě u vzorku SC50.

Kapitola 5

Závěr

V této experimentální dipl. práci jsme zkoumali spektra FR a MCD dvou skupin vzorků: železitých granátů dopovaných bismutem a měďnatých feritů. Dopování bismutem má význam pro zvětšení magnetooptických jevů a příměs galia snižuje pole nasycení, což tyto materiály se spektrem bez složitých struktur předurčuje k praktickému využití v optoelektronických aplikacích (zejména pro magnetofotonické krystaly s rekordní hodnotou Faradayovy rotace ve viditelné oblasti spektra). Prokládáním experimentálních dat byla odhadnuta rezonanční frekvence silného diamagnetického přechodu na fotonové frekvenci $(2,96 \pm 0,01)$ eV.

V případě měďnatých feritů jsme využili MO metody ke studiu elektronových přechodů v iontech Cu^{2+} v těchto systémech v infračervené oblasti spektra, která na rozdíl od viditelné oblasti již není ovlivněna přechody od iontů Fe^{3+} . Ve spektrech FR a MCD při pokojové i nízké teplotě jsme mohli poměrně spolehlivě identifikovat rezonanční přechody na fotonových energiích

$$(0,72 \pm 0,01) \text{ eV}, (0,87 \pm 0,01) \text{ eV}, (0,81 \pm 0,01) \text{ eV}, (0,68 \pm 0,01) \text{ eV}$$

a při nízké teplotě vyniklo jemné štěpení tetraedrických Cu^{2+} iontů. Srovnáním hodnot MO jevů vzorku s kubickou a tetragonální krystalovou strukturou je možné zkoumat přesuny Cu^{2+} iontů mezi oktaedrickými a tetraedrickými polohami, což představuje zajímavé využití MO metod k základnímu materiálovému výzkumu.

V rámci řešení práce se podařilo z nejrůznějších hledisek automatizovat měření na optické aparatuře a poměrně složitá zařízení, řídicí software a speciálně vyvinuté algoritmy nezbytné pro automatizaci otestovat na studovaných i jiných vzorcích. Tato skutečnost významně přispěje k budoucím příjemnějším měřením na optické aparatuře Oddělení magnetooptiky FÚ UK i rovněž v rámci povinného speciálního praktika z optoelektroniky.

Literatura

- [1] Joannopoulos, J. D. et al.: *Photonic crystals: molding the flow of light*, 2nd ed., Princeton University Press, Singapore, 2008.
- [2] Vrbová, M. a kol.: *Lasery a moderní optika*, Prometheus, Praha, 1994.
- [3] Zvezdin, A. K., Kotov, V. A.: *Modern Magneto-optics And Magneto-optical Materials*, IOP, Bristol, 1997.
- [4] Scott, G. B., Lacklison, D. E., IEEE Trans. Mag., vol. 12, no. 4, str. 292–311, 1976.
- [5] Paroli, P.: *An Introduction to Magneto-optics* in Borsa, F., Tognetti, V. (eds.): *Magnetic properties of Matter*, World Scientific, Singapore, str. 355–368, 1988.
- [6] Suits, J. C., IEEE Trans. Mag., vol. 8, no. 1, str. 95–99, 1972.
- [7] Kučera, M.: *Spektra magnetických iontů v pevných látkách* (aktuální návod k praktiku), UK MFF.
- [8] Crossley, W. A., Cooper, R. W., Page, J. L., Phys. Rev., vol. 181, no. 2, str. 896–905, 1969.
- [9] Kučera, M., Čs. čas. fyz., sekce A, sv. 35, str. 43–48, 1985.
- [10] Krupička S.: *Fyzika feritů a příbuzných magnetických kysličníků*, Academia, Praha, 1969.
- [11] Kahn, F. J., Pershan, P. S., Remeika, J. P., Phys. Rev., vol. 41, str. 4613, 1970.
- [12] Desai, M. et al., J. Appl. Phys., vol. 91, no. 4, str. 2220–2227, 2002.
- [13] Kučera, M. et al., J. Magn. Magn. Mater., 316, str. 688–691, 2007.
- [14] Kolinský, V.: *Diplomová práce*, UK MFF, 2005.
- [15] Tailhades, P. et al., J. Solid State Chem., 141, str. 56–63, 1998.
- [16] Wittekoek et al., Phys. Rev. B, vol. 12, no. 7, str. 2777–2788, 1975.

Kapitola 6

Přílohy

6.1 Seznam modulátorů a dalších optických členů

Polarizátor, analyzátor: kalcit, typ Cuchy, s propustností 240–2200 nm.

Modulátory

Standardní fóliové polarizátory firmy Polaroid:

- HN22 – viditelná oblast spektra do 800 nm,
- HNP'B – viditelná oblast + UV oblast do 280 nm,
- HR – IR oblast 0,8–2,2 μm .

Fázová destička: RC720 – viditelná + IR oblast

6.2 Zdrojový kód a komentář algoritmu automatické úpravy signálu

```
Private Sub cbPresetAdjustSignal_Click()  
    ' tlačítko pro automatickou úpravu signálu, kód v jazyku Visual Basic  
    Dim ToIncreaseHV, ToDecreaseHV As Boolean  
    Dim ToIncreaseGFDensity, ToDecreaseGFDensity As Boolean  
    Dim PrevSig, Sig, OptimalSig As Integer  
    Dim TestHVChange As Integer  
    Dim NewHV As Integer          ' nové napětí pro fotonásobič  
    Dim TryRepetitions As Integer ' počet provedených pokusů  
        ' test oprávnění použít tlačítko automatické úpravy signálu  
    If (((lbPresetGLastGrayFilter.Caption = "AUTO") Or_  
        (lbPresetGLastVoltage.Caption = "AUTO")) _  
        And ((lbPresetGCurrMaxSignal.Caption <> "N/A") And_  
        (lbPresetGCurrMinSignal.Caption <> "N/A"))) Then  
        TryRepetitions = 0          ' vynulování počtu pokusů  
        Sig = Val(HWReadSignal)    ' čtení signálu  
        While TryRepetitions < 3  ' omezení počtu pokusů  
            ToIncreaseHV = False   ' log. proměnné k vyhodnocení,  
            ToDecreaseHV = False   ' co lze provést  
            ToIncreaseGFDensity = False  
            ToDecreaseGFDensity = False  
            If Sig < Val(lbPresetGCurrMinSignal.Caption) Then ' malý signál  
                If lbPresetGLastVoltage.Caption = "AUTO" Then ToIncreaseHV = True  
                If ((gCurrGrayFilter >= 1) And_ ' pak lze zvýšit napětí  
                    (lbPresetGLastGrayFilter.Caption = "AUTO")) Then  
                    ToDecreaseGFDensity = True ' nebo vyměnit šedý filter,  
                End If ' je-li to možné  
            End If  
            If Sig > Val(lbPresetGCurrMaxSignal.Caption) Then ' velký signál  
                If lbPresetGLastVoltage.Caption = "AUTO" Then ToDecreaseHV = True  
                If ((gCurrGrayFilter < gTotalGFilters) And_ ' pak lze snížit VN  
                    (lbPresetGLastGrayFilter.Caption = "AUTO")) Then  
                    ToIncreaseGFDensity = True ' nebo zařadit hustší šedý f.  
                End If ' je-li k dispozici  
            If ToDecreaseHV Or ToIncreaseHV Then  
                TestHVChange = 10 ' > 0 zde <=> To Increase  
                If ToIncreaseHV Then  
                    If (gCurrVoltage <= gMaxVoltage - TestHVChange) Then  
                    Else ' nelze překročit max. VN  
                        TestHVChange = -TestHVChange  
                    End If  
                End If  
            End If  
        End While  
    End If  
End Sub
```



```

End If
If ToDecreaseHV Then
  If (gCurrVoltage >= gMinVoltage + TestHVChange) Then
    TestHVChange = -TestHVChange
    ' jinak se VN zvýší, čemuž odpovídá hodnota TestHVChange>0
  End If
End If
PrevSig = Sig
NewHV = gCurrVoltage + TestHVChange
If Not Dbg Then Call HWSetHighVoltage(NewHV)
  ' procedura k nastavení VN aktualizuje globální proměnné
DoEvents      ' přeepsané globální proměnné se vypíše na monitor
MySleep (1)   ' čas. prodleva asi 1 s k ustálení signálu
If Not Dbg Then Sig = HWReadSignal
If Sig = PrevSig Then
  Call MsgBox("AutoSignalAdjustment ERROR: " &_
    "No Signal Change After High Voltage Change..." &_
    " Pls. Perform Manually!", vbOKOnly)
  If cbAutoScanPause.Enabled Then blnAutoScanPaused = True
  Exit Sub    ' při neúspěchu výstup z proc., čeká se na obsluhu
Else
  OptimalSig = (Val(lbPresetGCurrMaxSignal.Caption) + _
    Val(lbPresetGCurrMinSignal.Caption)) / 2
  ' optimální signál jako aritm. průměr min. a max. nastavení
  NewHV = gCurrVoltage + _
    (TestHVChange / (Sig - PrevSig) * (OptimalSig - Sig))
  If ((NewHV >= gMinVoltage) And (NewHV <= gMaxVoltage)) And_
    (NewHV <> gCurrVoltage) Then
    PrevSig = Sig
    If Not Dbg Then Call HWSetHighVoltage(NewHV)
    DoEvents      ' aktualizace výpisu na monitor
    MySleep (1)   ' čas. prodleva na ustálení signálu
    If Not Dbg Then Sig = HWReadSignal
    If Sig = PrevSig Then
      Call MsgBox("AutoSignalAdjustment ERROR: " &_
        "No Signal Change After High Voltage Change..." &_
        " Pls. Perform Manually!", vbOKOnly)
      If cbAutoScanPause.Enabled Then blnAutoScanPaused = True
      Exit Sub
    End If
  End If
End If
End If
End If      ' konec větve pro změnu vysokého napětí

```

```

If (Sig < Val(lbPresetGCurrMinSignal.Caption)) And_
    ToDecreaseGFDensity Then
    If (gCurrGrayFilter >= 1) Then
        PrevSig = Sig
        If Not Dbg Then Call ChangeGrayFilter("Prev", 1)
        DoEvents          ' aktualizace výpisu na monitoru
        MySleep (1.5)     ' čas. prodleva na výměnu filtru a ustálení
        If Not Dbg Then Sig = HWReadSignal
        If Sig = PrevSig Then
            Call MsgBox("AutoSignalAdjustment ERROR: " &_
                "No Signal Change After a change of GrayFilter..." &_
                " Pls. Perform Manually!", vbOKOnly)
            If cbAutoScanPause.Enabled Then blnAutoScanPaused = True
            Exit Sub
        End If
    End If
End If
If (Sig > Val(lbPresetGCurrMaxSignal.Caption)) And_
    ToIncreaseGFDensity Then
    If (gCurrGrayFilter < gTotalGFilters) Then
        PrevSig = Sig
        If Not Dbg Then Call ChangeGrayFilter("Next", 1)
        DoEvents          ' aktualizace výpisu na monitoru
        MySleep (1.5)     ' čas. prodleva na výměnu filtru a ustálení
        If Not Dbg Then Sig = HWReadSignal
        If Sig = PrevSig Then
            Call MsgBox("AutoSignalAdjustment ERROR: " &_
                "No Signal Change After a change of GrayFilter..." &_
                " Pls. Perform Manually!", vbOKOnly)
            If cbAutoScanPause.Enabled Then blnAutoScanPaused = True
            Exit Sub
        End If
    End If
End If
TryRepetitions = TryRepetitions + 1
If (Sig <= Val(lbPresetGCurrMaxSignal.Caption)) And_
    (Sig >= Val(lbPresetGCurrMinSignal.Caption)) Then
    TryRepetitions = 3      ' je-li signál v mezích, ukončení procedury
Else
    If TryRepetitions = 3 Then Call MsgBox("AutoSignalAdjustment: " &_
        "Sorry, Unable to Adjust Optimal Signal Automatically...", vbOKOnly)
    If cbAutoScanPause.Enabled Then blnAutoScanPaused = True
End If
Wend

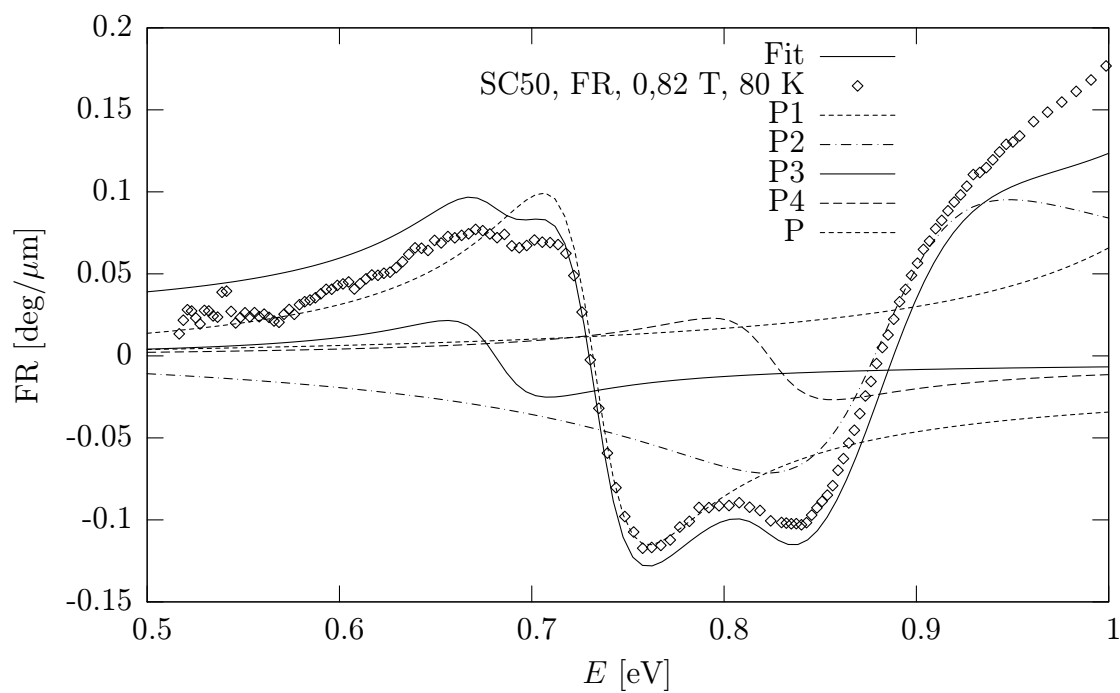
```

```
Else
  Call MsgBox("AutoSignalAdjustement Not Ready: Min/Max Signal is N/A Or" &_
    " No Freedom Available = High Voltage And/Or Gray Filter! ...", vbOKOnly)
  If cbAutoScanPause.Enabled Then blnAutoScanPaused = True
  Exit Sub
End If
End Sub
```

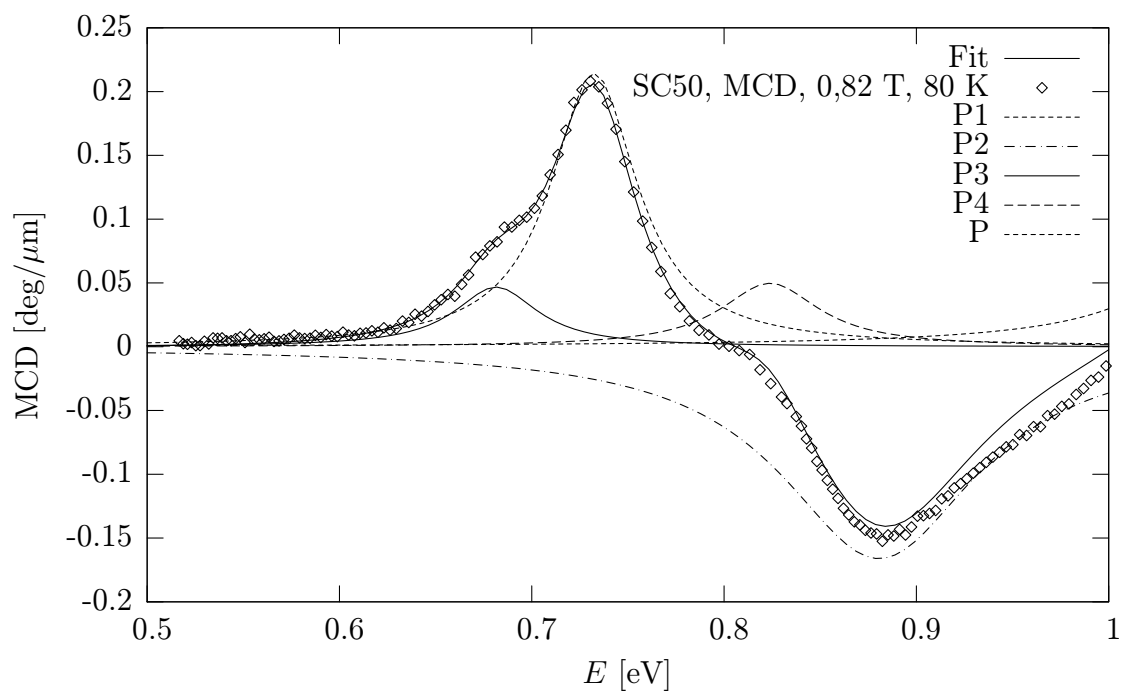
6.3 Zdrojový kód a komentář algoritmu SMART

```
Public Sub SMART()                ' Kód v jazyku Visual Basic
Dim Reversions As Integer         ' počet zjištěných obrátů
Dim blnIncreasing As Boolean      ' log. proměnná ke zjištění obratu
Dim PrevAngle, Angle As Double   ' předchozí a nový úhel analyzátoru
Reversions = 0                   ' vynulování aktuálního počtu obrátů
lbMainHWStatus.Caption = "SMART: " & _      ' text výpisu na monitor
    Reversions & "/" & gCurrSMARTReversions ' nastavený počet obrátů
DoEvents                          ' výpis informace pro obsluhu
If Not Dbg Then
    PrevAngle = UhelPolarizatoru()
    Call MySleep(gCurrSMARTReadDelay / 1000#)
    Angle = UhelPolarizatoru()      ' 2. čtení po čas. prodlevě
    If PrevAngle < Angle Then      ' příp. rovnost nehraje roli
        blnIncreasing = True      ' úhel analyzátoru se zvětšuje
    Else
        blnIncreasing = False     ' úhel analyzátoru se zmenšuje
    End If
    While Reversions < gCurrSMARTReversions ' hlavní čekací smyčka
        PrevAngle = Angle
        Call MySleep(gCurrSMARTReadDelay / 1000#) ' čas. prodleva čtení
        Angle = UhelPolarizatoru()
        If (Angle < PrevAngle) And blnIncreasing Then ' podmínka obratu
            Reversions = Reversions + 1
            blnIncreasing = False      ' Angle < PrevAngle v této větvi
            ...                       zde výpis informace pro obsluhu, stejně jako výše
        End If
        If (Angle > PrevAngle) And (Not blnIncreasing) Then
            Reversions = Reversions + 1 ' výše jiná možná podmínka obratu
            blnIncreasing = True
            ...                       zde výpis informace pro obsluhu, stejně jako výše
        End If
    Wend                                ' konec hlavní čekací smyčky (cyklu)
    Beep                                ' možnost zvukového upozornění
Else
    lbMainHWStatus.Caption = "SMART - debug mode"
    DoEvents
    MySleep (0.4)                       ' krátký kontrolní výpis v režimu ladění
End If
End Sub                                ' konec procedury SMART
```

6.4 Ukázka z prokládání spektra FR a MCD (znázornění příspěvků)



Obrázek 6.1: Interpretace spektra FR vzorku SC50 při 80 K (Fit ... výsledné proložení, P1–P4 ... příspěvky od jednotlivých přechodů, P ... pozadí, příspěvek od vzdáleného přechodu).



Obrázek 6.2: Interpretace spektra MCD vzorku SC50 při 80 K (Fit ... výsledné proložení, P1–P4 ... příspěvky od jednotlivých přechodů, P ... pozadí, příspěvek od vzdáleného přechodu).