

# Quelles Techniques Expérimentales pour Quelles Informations

*Pierre BORDET  
Institut Néel, CNRS, Grenoble  
pierre.bordet@neel.cnrs.fr*

# Objectifs et limites:

Un tour d'horizon introductif des différentes méthodes expérimentales de caractérisation des matériaux.

Quelle technique utiliser pour obtenir quelle information.

Non exhaustif. Pas trop nano...

Je pars de mon point de vue. Il n'est pas unique !

Voire les autres cours et les experts pour plus de détails.

*Votre chimiste préféré (vous-même ?) vous amène un échantillon « intéressant »*

## 1ères caractérisations

quelle est sa *composition* ?

EDS, WDS, microsonde

quelle est sa *structure* ?

Diffraction, TEM, PDF, EXAFS

quelles sont ses *propriétés physiques* ?

magnétiques

électriques

~~optiques~~

thermiques

mesures couplées

## Aller plus loin

structures complexes:

~~texture, tomographies, diff. Anomale...~~

Magnétisme :

~~neutrons, muons, RX, XMCD, Mössbauer, RMN~~

Diffusion aux petits angles:

~~morphologie et domaines, réseaux de vortex...~~

Spectroscopies

Structure électronique : ~~XPS, XANES~~

phonons, etc... : ~~IR, Raman, Neutrons inélastiques~~

Excitations magnétiques : ~~Neutrons inélastiques/polarisés...~~

Surface de fermi: ~~ARPES, dHvA...~~

# Composition chimique

méthodes d'analyses chimiques (dosages, spectro flamme...)

fluo X (excitation=RX)

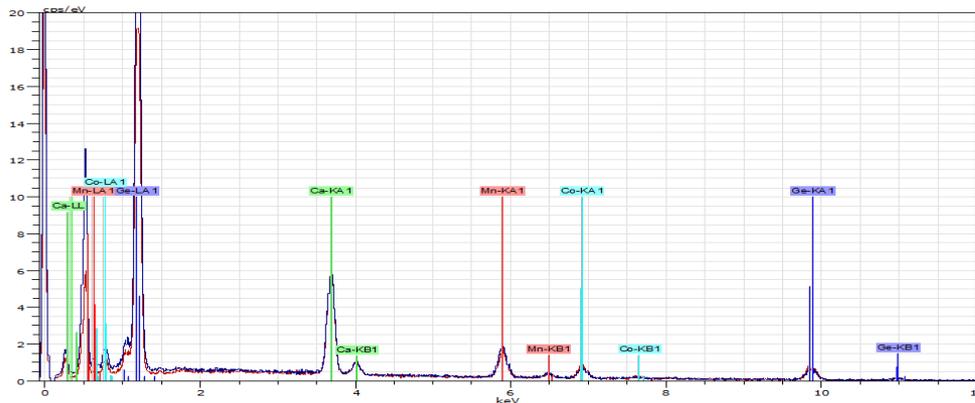
excitation = RX, détection=détecteur solide type SiLi

EDX (Energy Dispersive X-ray spectroscopy)

excitation= e-, détection=détecteur solide type SiLi

dans un MEB (Microscope Electronique à Balayage) =morphologie  
ou un MET (Microscope Electronique en Transmission)

précision : qq at%, sur ech. poli avec standard, Z<Na non dosables



Atomic percent (%)	Ca	Mn	Co	Ge
Spectrum				
-----				
CMCC-1 _ PT 2	28.40	14.00	10.71	46.90
CMCC-1 _ PT 1-15Kv	28.39	16.04	6.75	48.82
-----				
Mean value:	28.39	15.02	8.73	47.86
Sigma:	0.01	1.45	2.80	1.36
Sigma mean:	0.00	1.02	1.98	0.96

## WDX (Wavelength Dispersive X-ray spectroscopy)

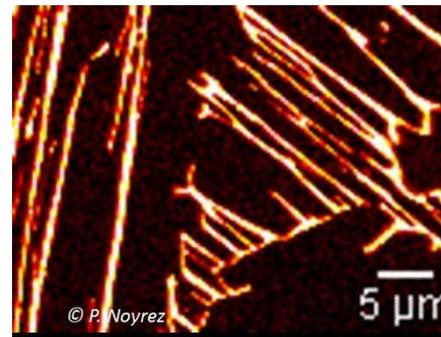
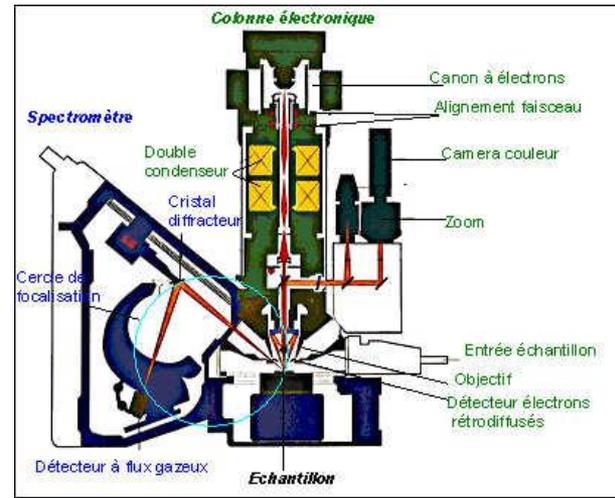
excitation= e-, détection= cristaux analyseurs

dans un MEB ou une microsonde de Castaing

précision : ~%, sur ech. poli avec standard, Z<Li non dosable



La sonde de Castaing



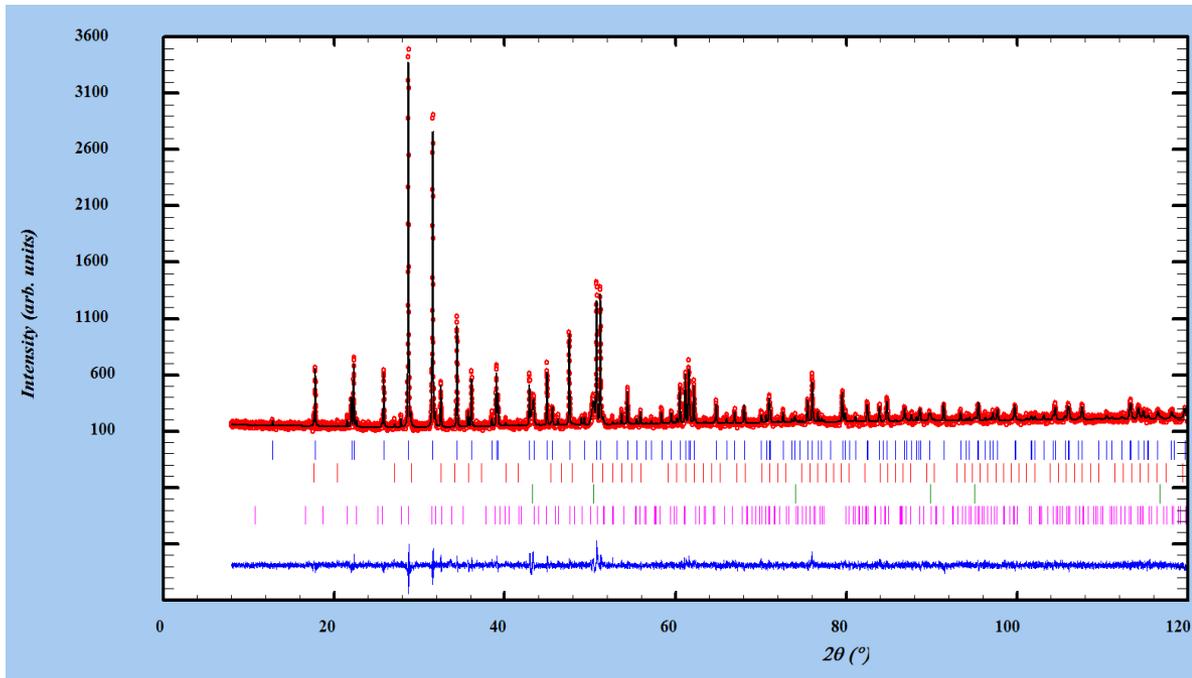
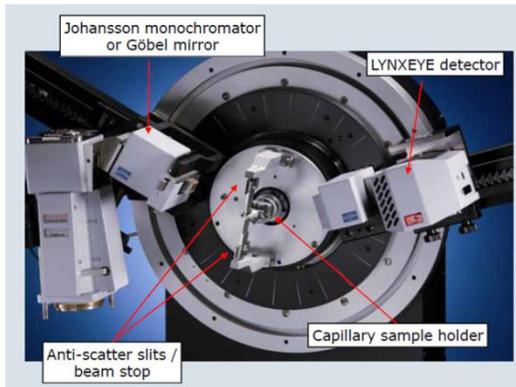
# Structure

## Diffraction RX sur poudre

- identifier les phases et quantifier les phases (cristallines)
- affiner les paramètres de maille
- résoudre et affiner la structure (méthode de Rietveld)
- Etudier la microstructure (micro-contraintes, tailles de particules...)

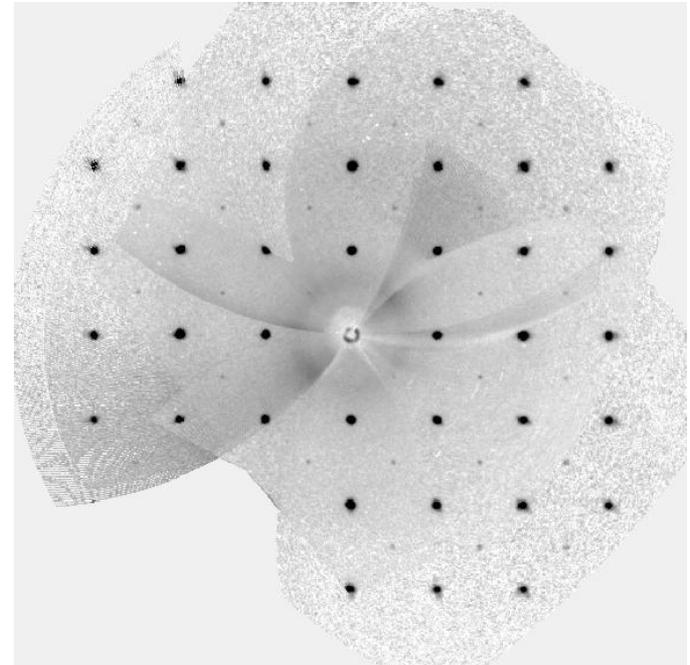
## Limitations :

- résolution ab initio
- structures complexes
- éléments légers (H, Li, O...)
- éléments de Z voisins

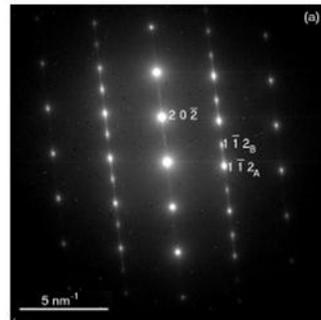
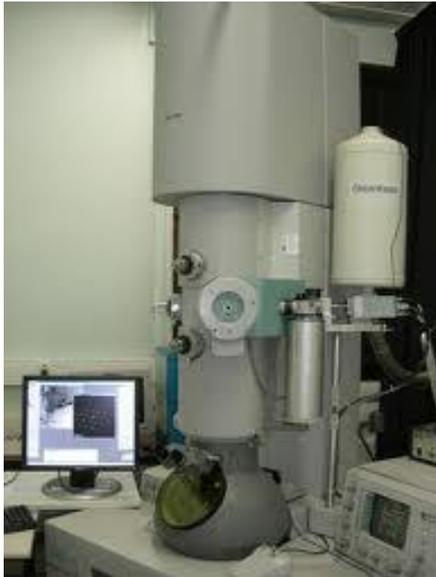


## Diffraction RX sur monocristal

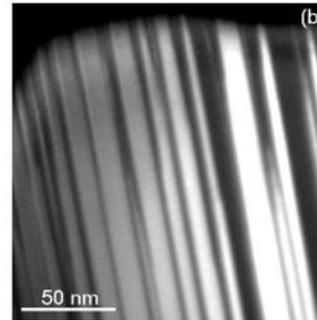
- résoudre et affiner la structure
- Très précis et rapide (qq hs) avec détecteur 2D
- ADPs anisotropes, anharmoniques, structures modulées, macles...
- densités électroniques (pour Z pas trop grands...)
- transitions de phases structurales vs T, P...



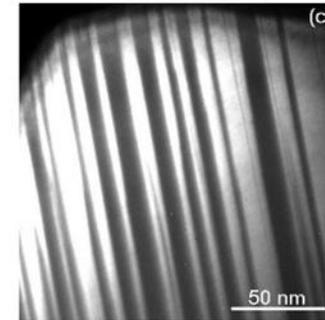
# Microscope Electronique en Transmission (MET)



(a) Electron diffraction pattern of the [1 3 1] zone axis of monoclinic  $\text{BiCrO}_3$ .



(b) Dark field image of  $\text{BiCrO}_3$  selecting a spot of family A.



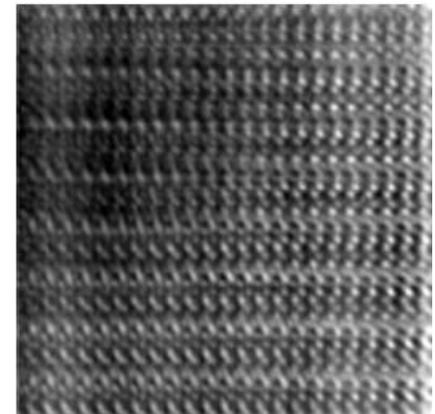
(c) Dark field image of  $\text{BiCrO}_3$  selecting a spot of family B.

Taille de sonde  $\sim \text{nm}$  : chaque grain d'une poudre est un monocristal !

Diffraction, composition et imagerie sur le même grain

Très utile pour :

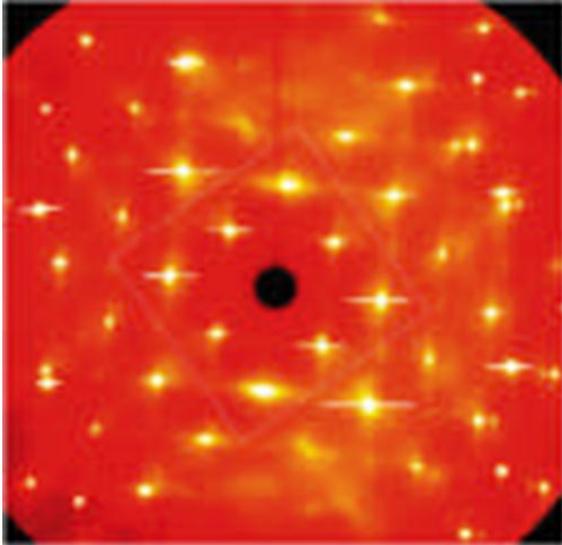
- imagerie haute résolution
- caractériser les phases parasites
- déterminer maille/groupe
- résoudre la structure (cristallo aux électrons)
- STEM, HAADF, Z-contrast...



**Limitations** : échantillonnage. Il faut un microscope **et** un microscopiste !

## Si le matériau est mal cristallisé, désordonné, amorphe, nano...

En diffraction, on observe de la diffusion diffuse (diffuse scattering) en plus (à la place) des réflexions de Bragg dues à l'ordre périodique à longue distance.



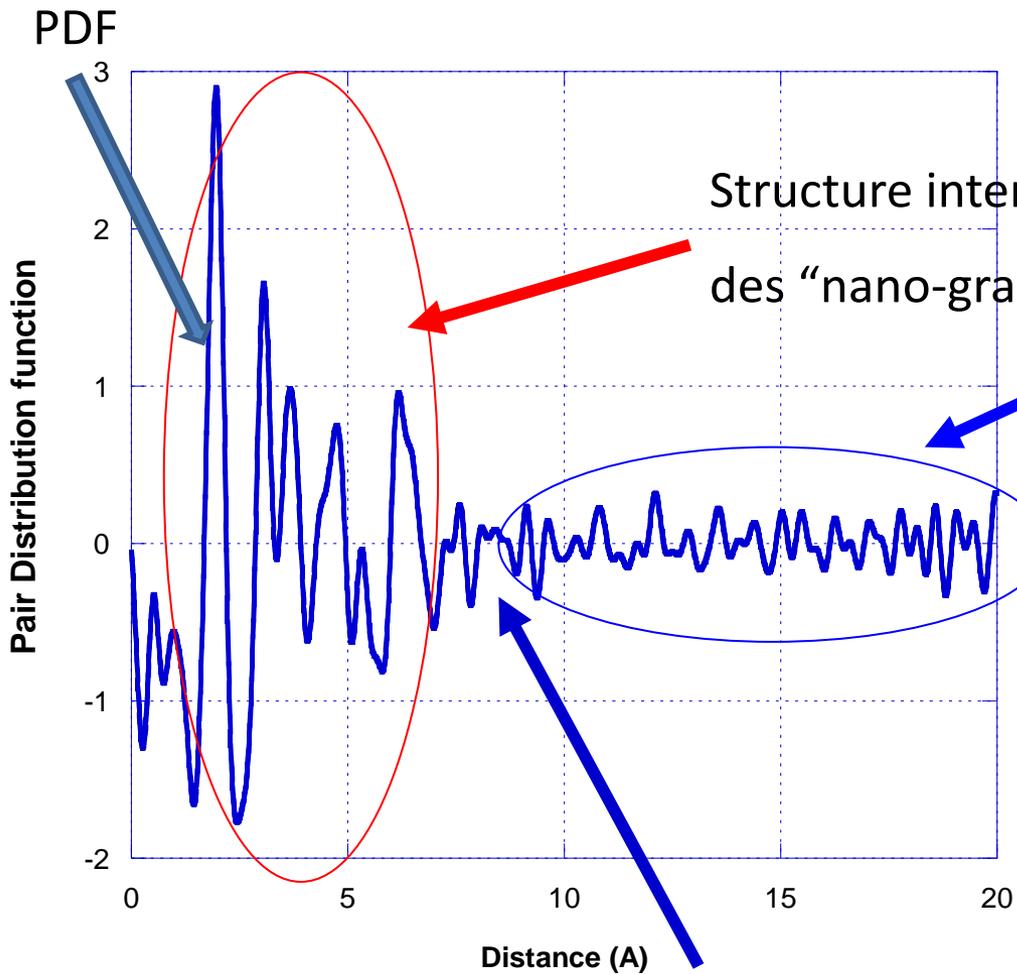
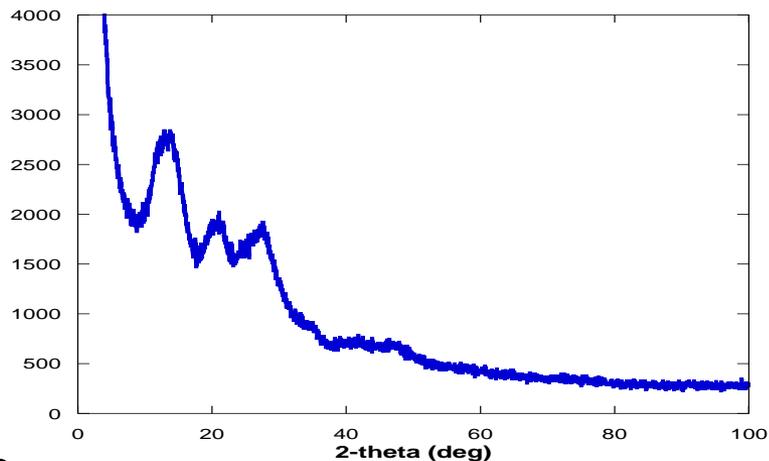
L'étude de la diffusion diffuse renseigne sur le désordre (réseau, dynamique/statique, etc.)

L'analyse de la fonction de distribution de paires (PDF) permet une caractérisation quantitative multi-échelle de la structure, indépendamment de l'état cristallin. La PDF est obtenue par TF de la diffusion totale.

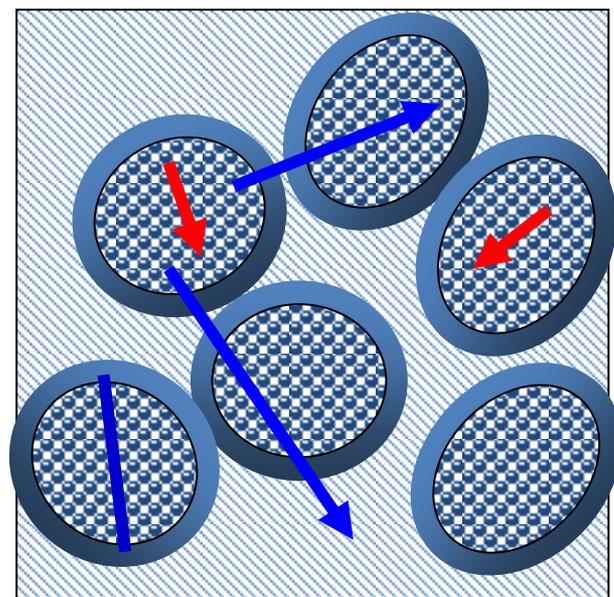
L'EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure) peut aussi être utilisée pour Caractériser la structure de composés , indépendamment de l'état cristallin.

# Pair Distribution Function Analysis TiO<sub>2</sub> nano-cristallin

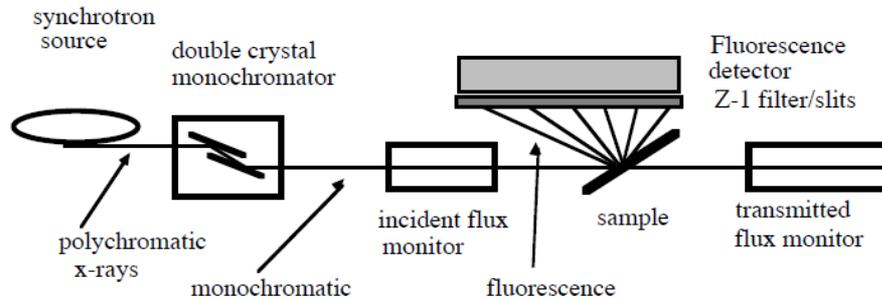
Diagramme de diffraction de poudres RX 



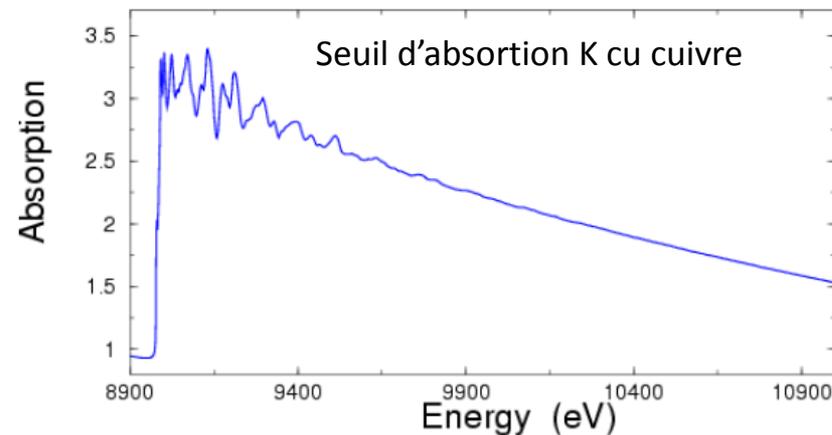
Taille des "grains"  $\approx 8-9\text{\AA}$



# EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure)



Balayage en Energie autour d'un seuil d'absorption  
=> sélectivité chimique

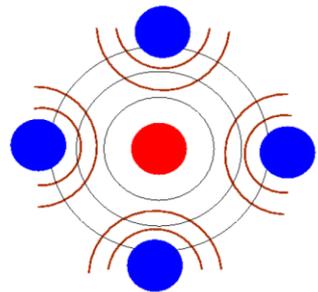


Le libre parcours moyen de l'électron augmente avec E

**EDGE** : structure électronique

**XANES** : near edge ( $E < 20\text{eV} > \text{seuil}$ )  
structure & structure électronique  
diffusion multiple

**EXAFS** :  $E > 20\text{eV} \rightarrow \text{qq } 100\text{ eV} > \text{seuil}$   
arrangement atomique local  
diffusion simple



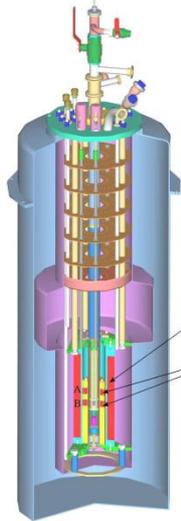
Oscillations = Interference entre l'onde émise par l'atome central et celles rétrodiffusée par les atomes voisins

# Propriétés Physiques : Magnétisme

## Mesures d'aimantation/susceptibilité :

grand nombre de méthodes : force/couple, f.e.m. induite, SQUID...

## Méthode d'extraction



$$\delta\Phi = \frac{1}{\mu_0} \int_V \frac{\mathbf{B}}{I} M dv$$

Bobine extérieure supraconductrice  
jeu de bobines de détection A et B

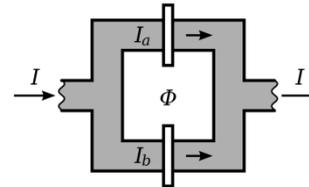
Sensibilité  $\sim 10^{-7}$  A.m<sup>2</sup>

Possibilités de mesures anisotropes

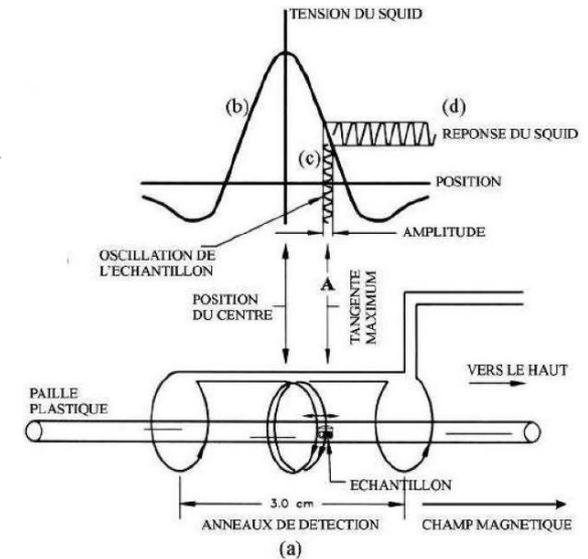
$H_{\max}$  élevés possibles (12T-16T)

=> VSM, avec détection synchrone...

## SQUID DC



SQUID VSM



Sensibilité  $\sim 10^{-11}$  A.m<sup>2</sup>

$H_{\max} \sim 7$ T

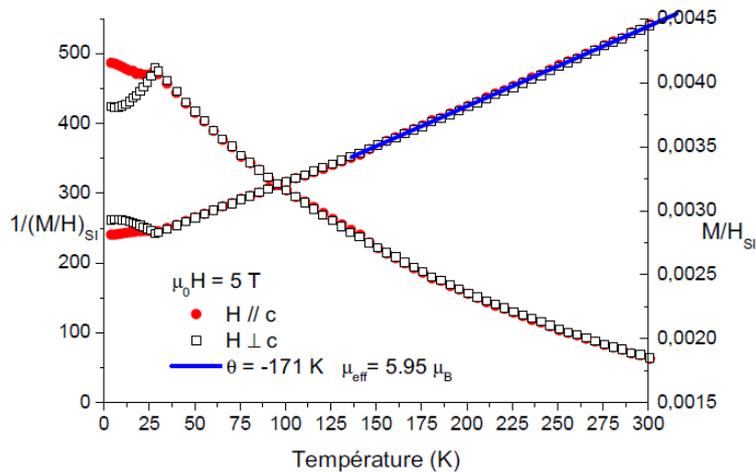
+ balance de Faraday, torque magnetometer,  $\mu$ SQUID...

## Mesures de susceptibilité dc

$$\chi = \lim_{H \rightarrow 0} \partial_H M \simeq \frac{M}{H}$$

à partir des isothermes  $M(H)$   
(évite les effets d'impuretés)

Ou en à partir des  $M(T)$  à  $H$  fixé

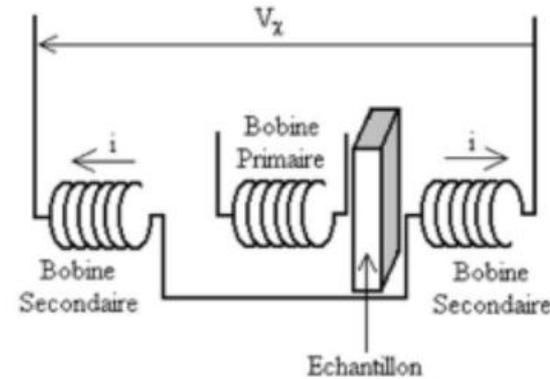


$$\frac{1}{\chi} = \frac{T - \theta}{C}$$

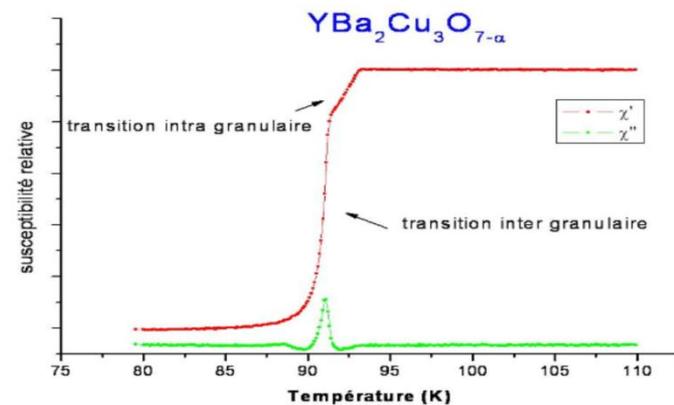
$$C = n \frac{\mu_0}{3k_B} \mu_{\text{eff}}^2$$

## Mesures de susceptibilité ac

$$\chi_{AC} = \chi' - i\chi''$$



On superpose un champ *a.c.* à  $H$ , on détecte avec un pont d'inductance mutuelle, en phase  $\chi'$  et en quadrature  $\chi''$   
Egalement possible avec un **SQUID RF**



# RMN: résonance magnétique nucléaire

Principe : on fait résonner les spins nucléaires  $I$  dans un champ magnétique  $H_0$  à l'aide d'un champ radiofréquence.

$I$  sert de sonde locale pour la connaissance de l'état magnétique du solide

- **mesures statiques** : on mesure la fréquence de rotation des spins  $\omega_{RMN}$  par la mesure de la f.e.m. induite dans une bobine réceptrice. Le spectre est décalé par rapport à la fréquence de Larmor de l'ion libre

$$\omega_{RMN} = \omega_0 (1 + K_{orb} + K_K) \quad \text{Nb de noyaux}$$

$$K_{total} = \frac{\nu - \nu_0}{\nu_0}$$

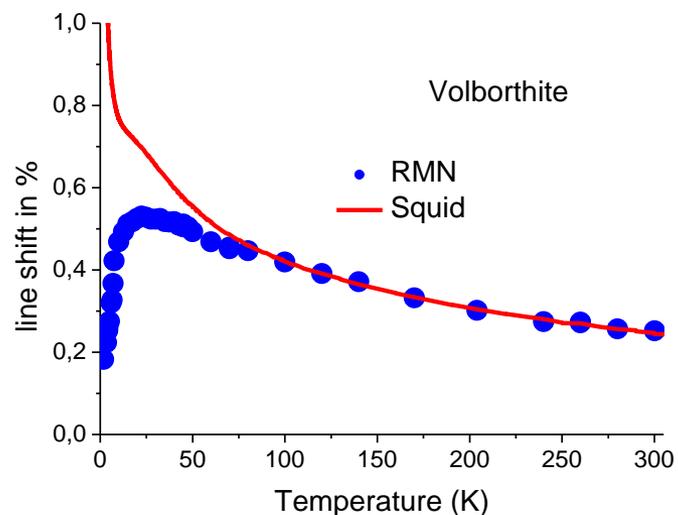
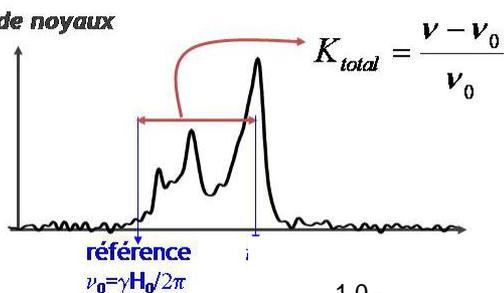
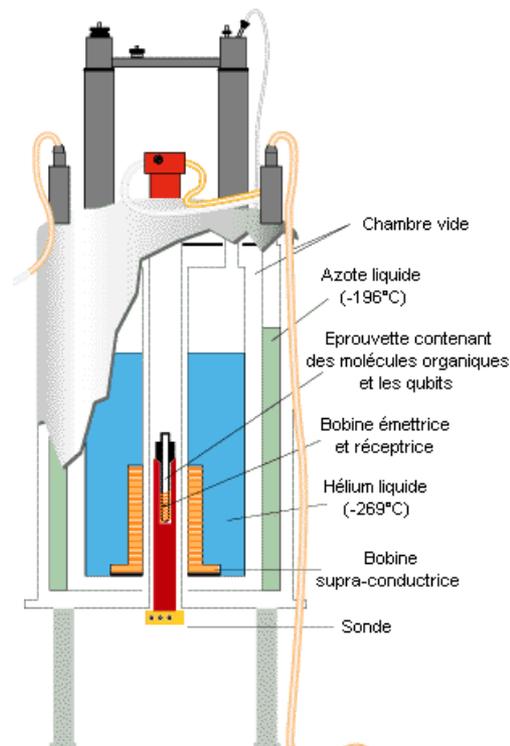
$K_{orb}$  : décalage chimique

$K_K = K_{dip} + K_{contact}$  : Knight shift

$$K_K = A_{hf} \cdot \chi_0^{electrons}$$

La fréquence RMN est une mesure de la susceptibilité électronique statique dans le matériau

- + Mesure intrinsèque
- + Permet de distinguer les différents sites
- + Histogramme des variations locales
- pas de valeur absolue
- mesures longues



# Mesures Electriques, transport, polarisation....

## Mesures de résistivité

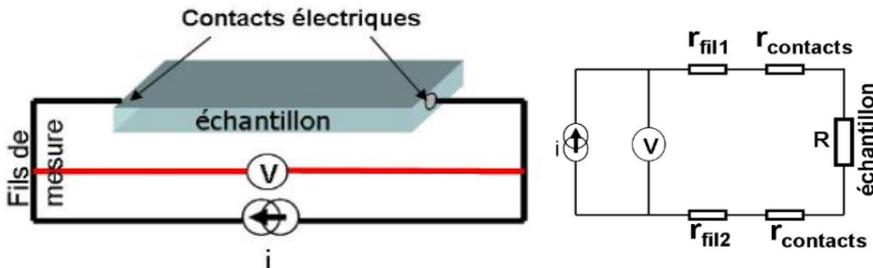
$$R = \frac{U}{I} \text{ (}\Omega\text{)}; \quad \text{Résistance}$$

$$R = \rho \cdot \frac{l}{S} \text{ (}\rho \text{ en } \Omega \cdot m^{-1}\text{)}; \quad \text{Résistivité}$$

$$G = \frac{1}{R} \text{ (S)}; \quad \text{Conductance}$$

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \text{ (S.m)} \quad \text{Conductivité}$$

## Méthode 2 fils

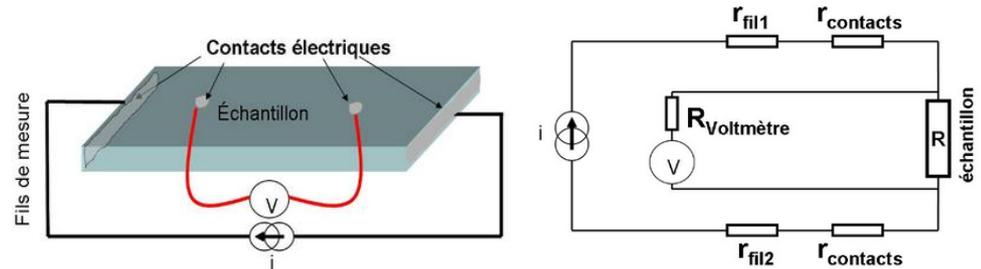


$$V = (R + r_{\text{contacts}} + r_{\text{fils}}) * I$$

Si  $R_{\text{ech}} \gg R_{\text{fils}}$  et  $R_{\text{contacts}}$

Simple à mettre en œuvre (2 contacts)

## Méthode 4 fils



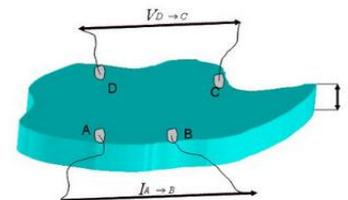
$$V = [R / (r_{\text{fils}} + r_{\text{contacts}} + R_{\text{voltmètre}})] * I = [R / R_{\text{voltmètre}}] * I$$

Si  $R_{\text{ech}} \ll R_{\text{voltmètre}}$

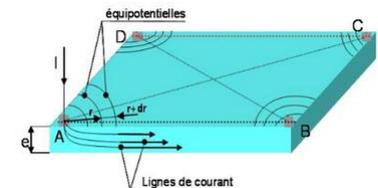
Évite les pb dus aux résistances de contacts, fils...

Configurations selon géom. échantillon..

### van der Pauw



### Couche mince



Mesures en d.c. ou a.c. pour éviter les tensions thermoélectriques

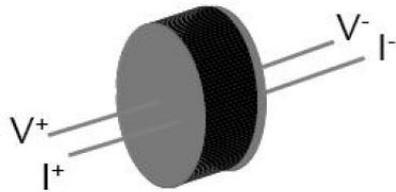
## Constante diélectrique

$$C_p = \frac{\epsilon_0 \epsilon_r \cdot S}{d} \text{ (en F)}$$

On mesure la capacité d'un condensateur

On applique  $V = V_0 e^{i\omega t}$

On mesure  $I = I_0 e^{i\omega t + \phi}$



$$|Z| = \frac{1}{\sqrt{\frac{1}{R_p^2} + C_p^2 \omega^2}}$$

pour  $R_p \gg \frac{1}{C_p \omega}$ ,  $\omega \gg \frac{1}{C_p R_p}$ .

$$|Z| = \frac{1}{C_p \omega}$$

$$\mathbf{P} = \epsilon_0 \chi \mathbf{E}; \quad \epsilon_0 = 8.85 \cdot 10^{-12} \text{ As/Vm}$$

$$\mathbf{D} = \epsilon_0 \mathbf{E} + \mathbf{P} = \epsilon_0 (1 + \chi) \mathbf{E} = \epsilon_0 \epsilon_r \mathbf{E}$$

$\mathbf{D}$  : déplacement électrique

$\mathbf{E}$  : champ électrique appliqué

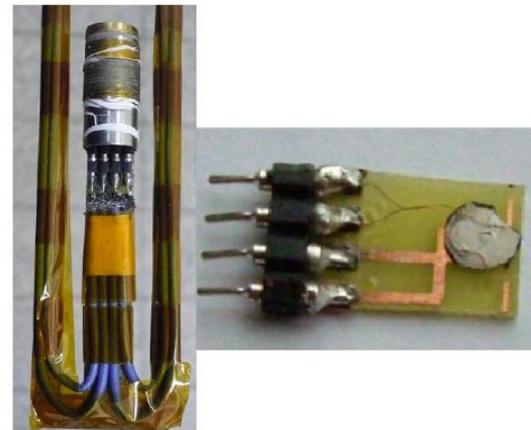
$\mathbf{P}$  : polarisation électrique

$\epsilon_0$  : permittivité du vide

$\epsilon_r = 1 + \chi$  : permittivité relative,  
ou cste diélectrique

$\chi$  : susceptibilité électrique

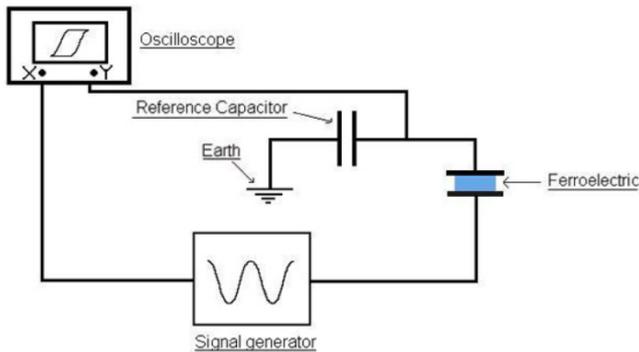
$\epsilon = \epsilon_0 \cdot \epsilon_r$  : cste diélectrique absolue ( $F \cdot m^{-1}$ )



# Polarisation spontanée

$$P = \epsilon_0 \chi E \quad (C \cdot m^{-2} \text{ ou souvent } \mu C \cdot cm^{-2})$$

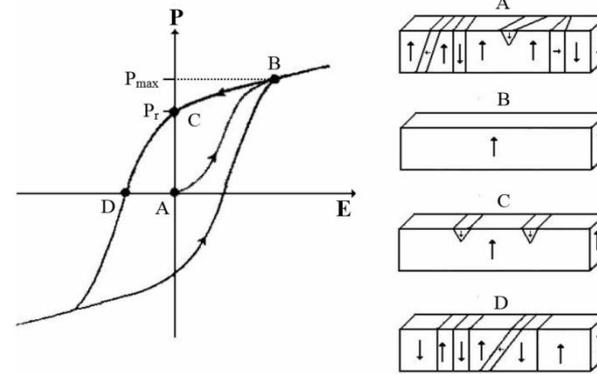
## Méthode Sawyer-Tower



On mesure la tension (donc la charge) du condensateur de référence de capacité connue. La charge du condensateur inconnue est la même, donc on obtient sa capacité et sa polarisation, si  $C_{ref} \gg C$ .

Difficultés : parasites (cables, etc...), pertes, conductivité échantillon....

Pas très sensible...



Cycle d'hystérésis d'un ferroélectrique

Normal Ferroelectric	Relaxors
<p>(a)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Macro-size FE domains</li> </ul>	<p>(a)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Nano-size polar domains</li> </ul>
<p>(b)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• No polar domains above <math>T_C</math></li> </ul>	<p>(b)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• Nano-size polar domains persist well above <math>T_m</math></li> </ul>
<p>(c)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• sharp narrow transitions</li> <li>• <math>\epsilon'(T)</math> follows Curie-Weiss law</li> <li>• No frequency dispersion</li> </ul>	<p>(c)</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>• very broad <math>\epsilon'(T)</math> peaks</li> <li>• strong deviation from Curie-Weiss law</li> <li>• strong frequency dispersion</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• 1st - or 2nd - order phase transition with macroscopic symmetry change at <math>T_C</math></li> <li>• Strong optical anisotropy across <math>T_C</math></li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• No structural phase transition across <math>T_m</math></li> <li>• Critical slowing down of dipolar motion below <math>T_m</math></li> <li>• No optical anisotropy across <math>T_m</math></li> </ul>

## Mesure du courant pyroélectrique

$$p_i = \frac{\partial P}{\partial T} \quad p_i : \text{coefficient pyroélectrique}$$

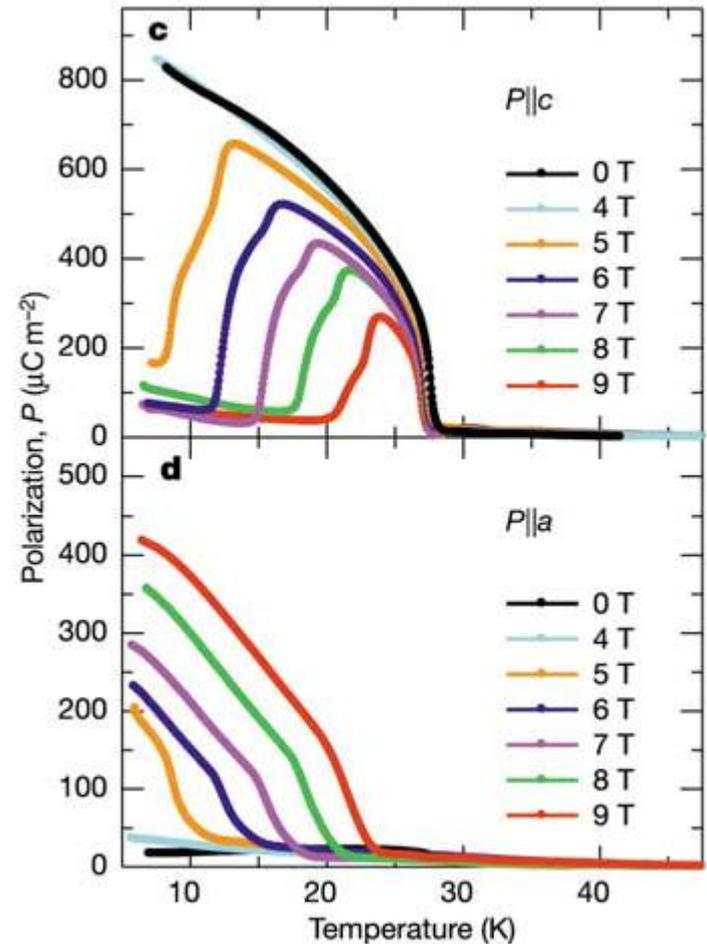
La polarisation et la charge d'un condensateur ferroélectrique, varient avec la température

On refroidi sous champ E (poled), puis on réchauffe et on mesure le courant de fuite.

$$i_p = \frac{\partial Q}{\partial t} = \frac{\partial Q}{\partial T} \frac{\partial T}{\partial t}$$

La mesure du courant est très précise ( $10^{-12}$  A)  
Donc celle de la charge et de la polarisation aussi..

Méthode utilisée pour les mesures de polarisation très faibles ( $nC.cm^{-2}$ , e.g. multiferroïques de type II)



# Mesures Thermiques...

**Chaleur spécifique**  $C = \frac{\Delta Q}{\Delta T}$  Sensible à tous changements d'états

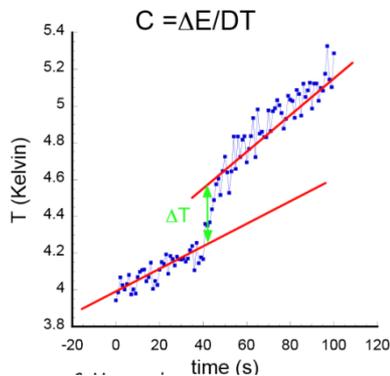
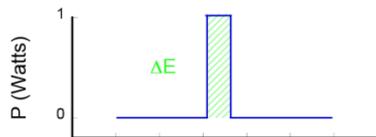
$C_V = \frac{1}{m} \left( \frac{\partial U}{\partial T} \right)_V$  À V cst,  $dU = \delta Q - p dV = \delta Q = C_V dT$

pour un solide,  $C_p \sim C_V$

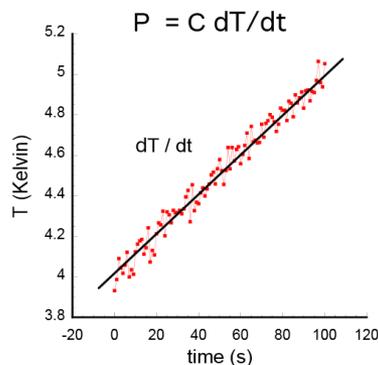
$C_p = \frac{1}{m} \left( \frac{\partial H}{\partial T} \right)_p$  À p cst,  $dH = \delta Q + V dp = \delta Q = C_p dT$

En général, on mesure  $C_p$ . On chauffe et on mesure l'évolution de  $T$

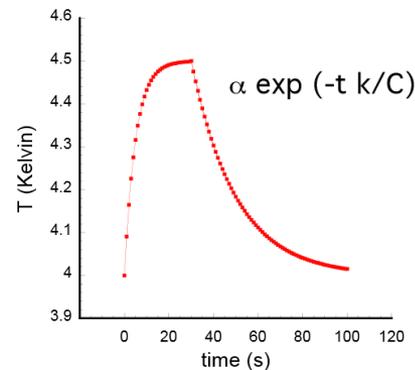
*adiabatique*



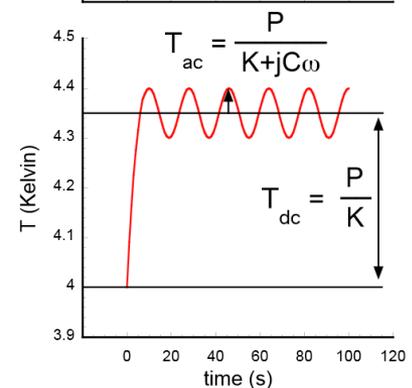
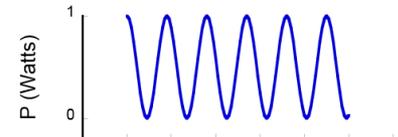
*quasi-adiabatique*



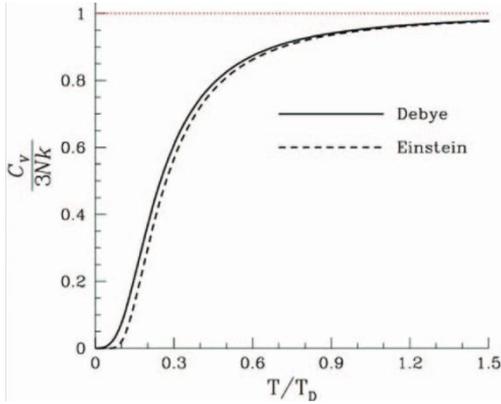
*Relaxation (PPMS)*



*alternatif*



## Contribution des Phonons : Einstein vs Debye



$$T \rightarrow \infty : C_{ph} = 3Nk_B \text{ (Dulong et Petit)}$$

$$T \ll \Theta_D : \text{Debye, } C_{ph} = cte \left( \frac{T}{\Theta_D} \right)^3$$

$$\Theta_D \propto v_{son}$$

## Contribution des Electrons

Seuls les e- proche de la surface de fermi contribuent

$$C_e = \gamma \cdot T, \text{ avec } \gamma \propto m^*$$

Pour un métal,

$$C = C_e + C_{ph} = \gamma \cdot T + A \cdot T^3$$

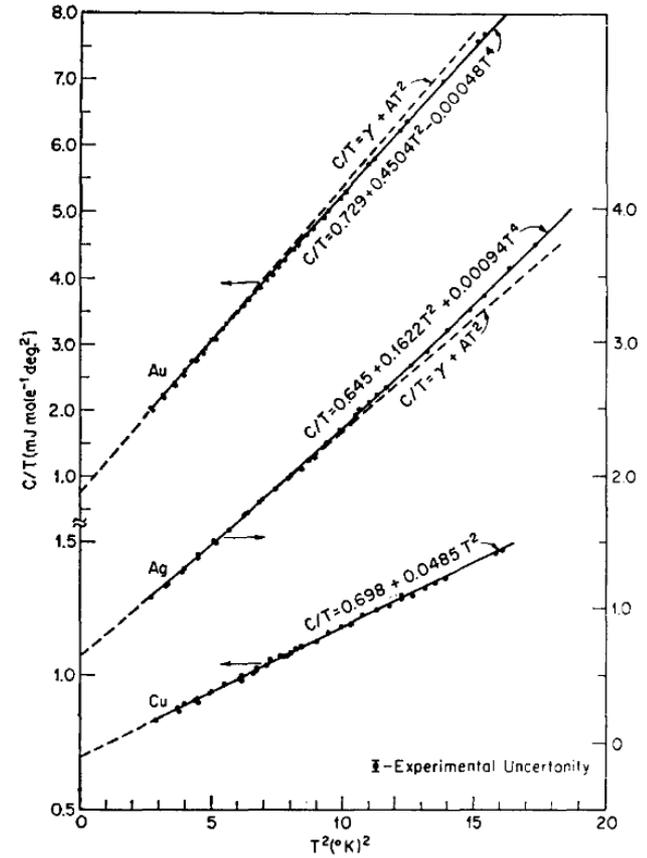
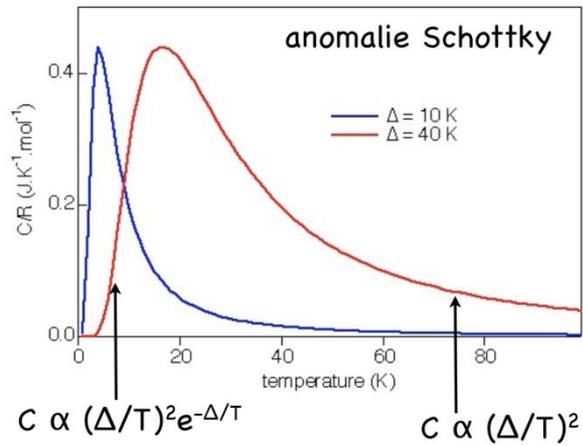
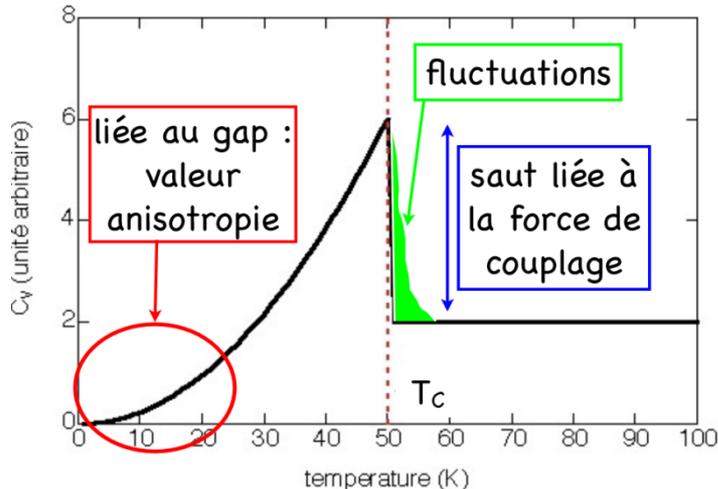


FIG. 1. The plots of  $C/T$  versus  $T^2$  for gold, silver, and copper.

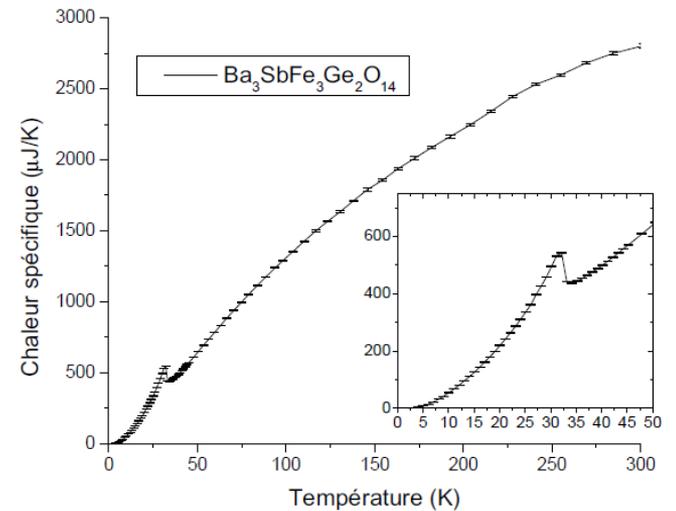
# Le champ cristallin ou les systèmes à niveaux discrets ( $\Delta$ ) conduisent à des anomalies



## Pic « lambda » lié à une transition supraconductrice

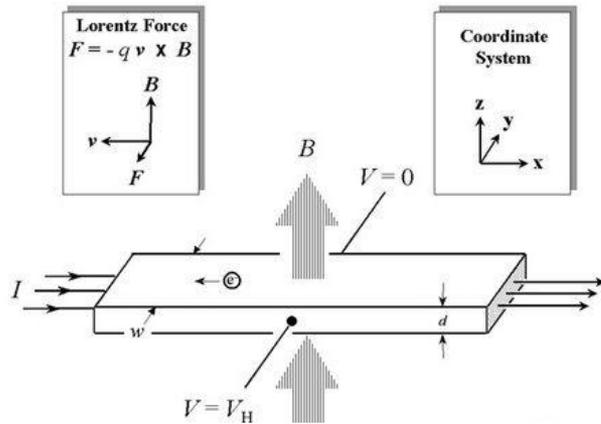


## Transition antiferromagnétique



# Mesures croisées...

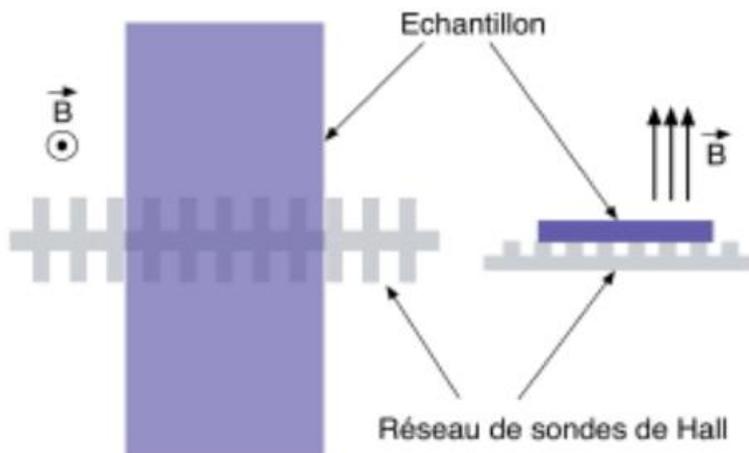
## Effet Hall



Renseigne sur le nombre et le signe des porteurs...

$$E_H = R_H \cdot j_x \cdot B_z \text{ avec } R_H = \frac{1}{qN}$$

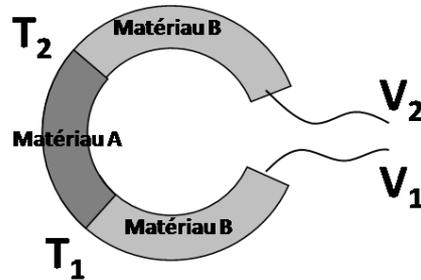
Pour  $R_H$  et  $j$  connus, la sonde de Hall permet de mesurer les champs magnétiques



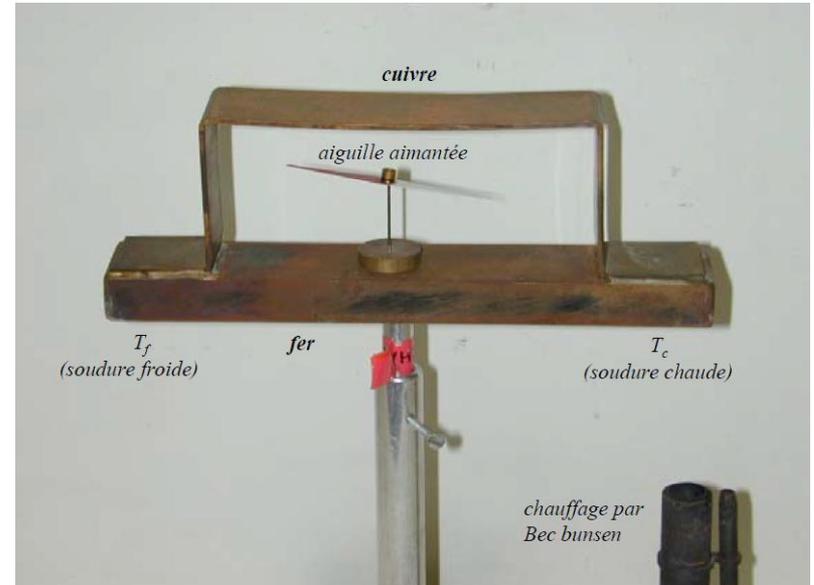
# Effets thermoélectriques : Seebeck, Peltier

Seebeck :  $S = \frac{\Delta V}{\Delta T}$

$$\Delta V = \int_{T_A}^{T_B} S(\theta) d\theta$$



Peltier :  $\Pi = \frac{\Phi}{I} = S \cdot T$



Expérience historique de Seebeck réalisée en 1821.

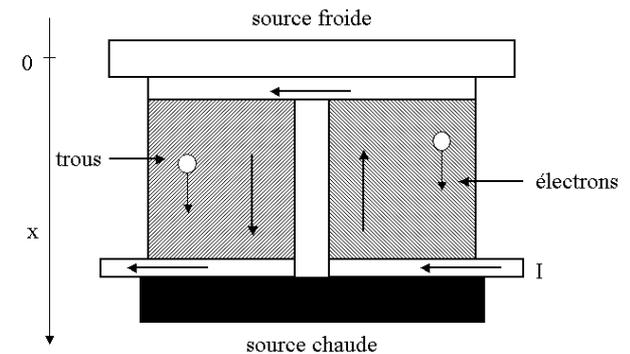
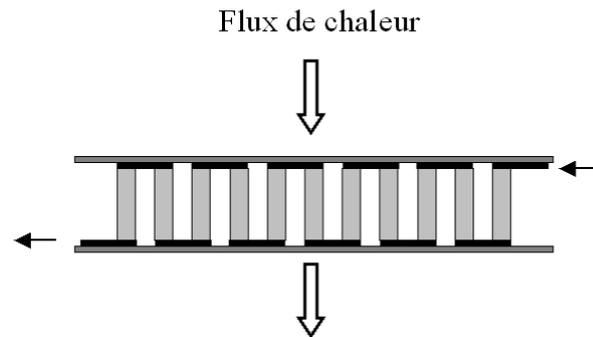
## Module thermoélectrique :

Facteur de qualité:

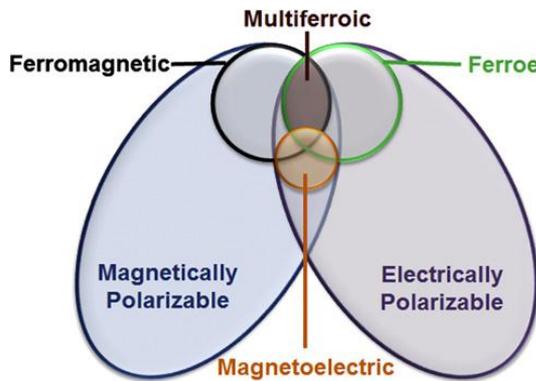
$$Z_{pn} = \frac{(S_p - S_n)^2}{RK}$$

R: résistance électrique

K: conductance thermique



# Couplages magneto (di)électriques

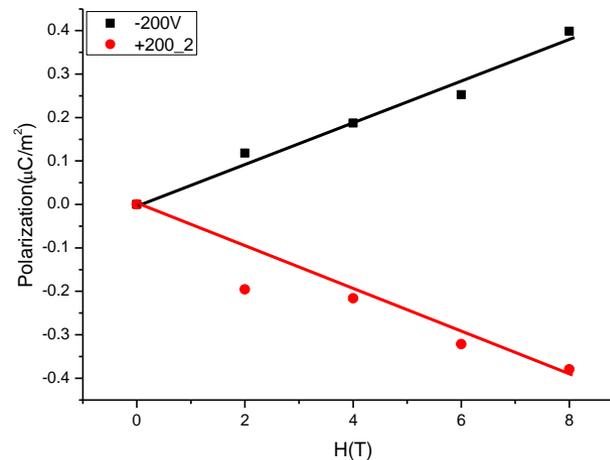
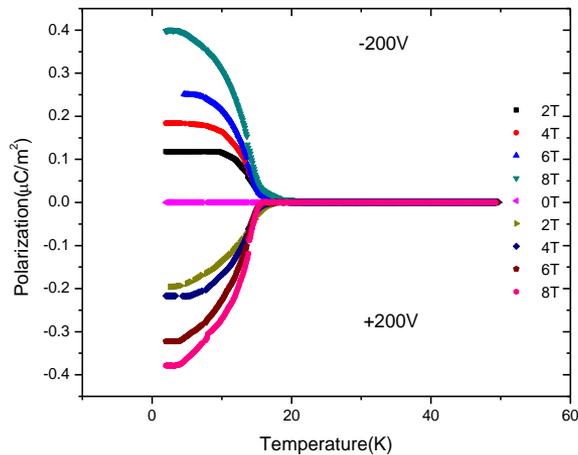


$$-F(E, H) = \frac{1}{2} \epsilon_0 \epsilon_{ij} E_i E_j + \frac{1}{2} \mu_0 \mu_{ij} H_i H_j + \alpha_{ij} E_i H_j + \frac{\beta_{ijk}}{2} E_i H_j H_k + \frac{\gamma_{ijk}}{2} H_i E_j E_k + \dots$$

Effet magneto-électrique linéaire

$$P_i = \alpha_{ij} H_j + \frac{\beta_{ijk}}{2} H_j H_k + \dots$$

$$M_i = \alpha_{ji} E_j + \frac{\gamma_{ijk}}{2} E_j E_k + \dots$$



# On peut mesurer $M(E)$ ou $P(H)$

Attention,  $P$ ,  $M$ ,  $E$ ,  $H$  sont des vecteurs et les coefficients des tenseurs

=>mesures dépendantes de l'orientation mutuelle de  $H$  et  $E$  et de la symétrie du composé.

=>mesures sur monocristal, si possible

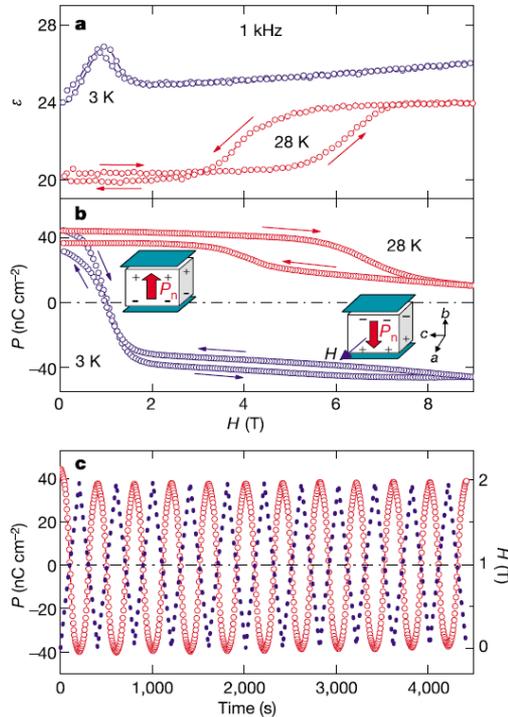


TABLE III

The eleven Shubnikov-Heesch point groups (column 1) permitting simultaneously ferroelasticity, ferroelectricity and ferromagnetism in case of prototype  $m\bar{3}m1'$  (e.g.: perovskites, spinels)

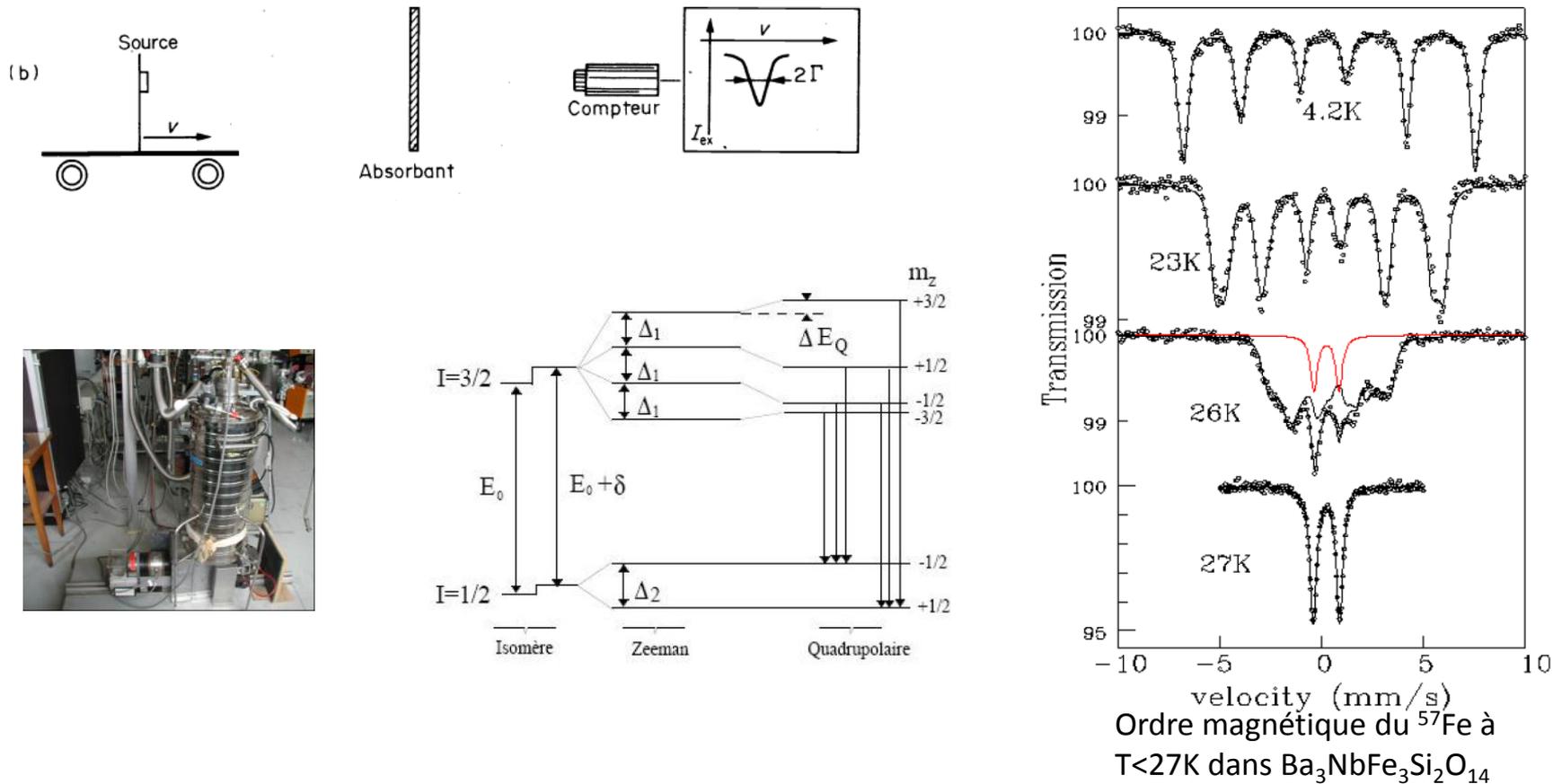
Species $m\bar{3}m1'F$ (1)	Aizu symbol (2)	$P_s, M_s$ orientation (3)	$\sigma_s$ (4)	$P_s$ (5)	$M_s$ (6)	Ferro- elast. (7)	Ferro- electr. (8)	Ferro- magn. (9)	Opt. active (10)
1	-	arbitrary	24	48#	96	P	full	P	+
2	(p)	$P_s \parallel M_s \parallel [100]_c$	12	24*	48	P	P	P	+
2	(s)	$P_s \parallel M_s \parallel [110]_c$	12	24*	48	P	P	P	+
2'	(p)	$P_s \parallel [100]_c$ $M_s \perp [100]_c$	12	24*	48	P	P	P	+
2'	(s)	$P_s \parallel [110]_c$ $M_s \perp [110]_c$	12	24*	48	P	P	P	+
m	(p)	$P_s$ in $(100)_c$ $M_s \perp (100)_c$	12	24*	48	P	full	P	+
m	(s)	$P_s$ in $(110)_c$ $M_s \perp (110)_c$	12	24*	48	P	full	P	+
m'	(p)	$P_s$ in $(100)_c$ $M_s$ in $(100)_c$	12	24*	48	P	full	P	+
m'	(s)	$P_s$ in $(110)_c$ $M_s$ in $(110)_c$	12	24*	48	P	full	P	+
m'm'2	(pp)	$P_s \parallel M_s \parallel [001]_c$ $a_o \parallel [100]_c$	6	12*	24	P	P	P	+
m'm'2	(ps)	$P_s \parallel M_s \parallel [001]_c$ $a_o \parallel [110]_c$	6	12*	24	P	P	P	+
m'm'2	(ss)	$P_s \parallel M_s \parallel [110]_c$	6	12*	24	P	full	P	+
m'm'2'	(pp)	$P_s \parallel [001]_c$ $b_o \parallel M_s \parallel [010]_c$	6	12*	24	P	P	P	+
m'm'2'	(ps)	$P_s \parallel [001]_c$ $b_o \parallel M_s \parallel [110]_c$	6	12*	24	P	P	P	+
m'm'2'	(ss)	$P_s \parallel [110]_c$ $b_o \parallel M_s \parallel [110]_c$	6	12*	24	P	full	P	+
m'm'2'	(sp)	$P_s \parallel [110]_c$ $b_o \parallel M_s \parallel [001]_c$	6	12*	24	P	full	P	+
4m'm'	-	$P_s \parallel M_s \parallel [100]_c$	3	6	12	P	full	P	-
4	-	$P_s \parallel M_s \parallel [100]_c$	3	12	24	P	P	P	d./l.
3m'	-	$P_s \parallel M_s \parallel [111]_c$	4	8	16	P	full	P	-
3	-	$P_s \parallel M_s \parallel [111]_c$	4	16	32	P	P	P	d./l.

Column 3: explicit orientation of  $P_s$  and  $M_s$  relative to the cubic reference system, with correspondence to the Aizu symbol<sup>10</sup> (column 2);  $a_o$ ,  $b_o$  stand for orthorhombic cell parameters. Columns 3–5: number of possible ferroelastic (“ $\sigma_s$ ”), ferroelectric (“ $P_s$ ”) and ferromagnetic (“ $M_s$ ”) domain states. The symbols “#” and “\*” stand for electro-ambidextrous<sup>20,32a–c</sup> and electro-pseudo-ambidextrous<sup>20,32a–c</sup> respectively. Columns 7–9: “full” and “P” stand for full and partial coupling of stress, electric field and magnetic field to the ferroelastic, ferroelectric and ferromagnetic domains, respectively. Column 10: “d./l.” stands for “all dipole directions of the ferroelectric domains are allowed to occur with dextro- and levo-rotation.”

# Ordre magnétique Spectroscopie Mössbauer

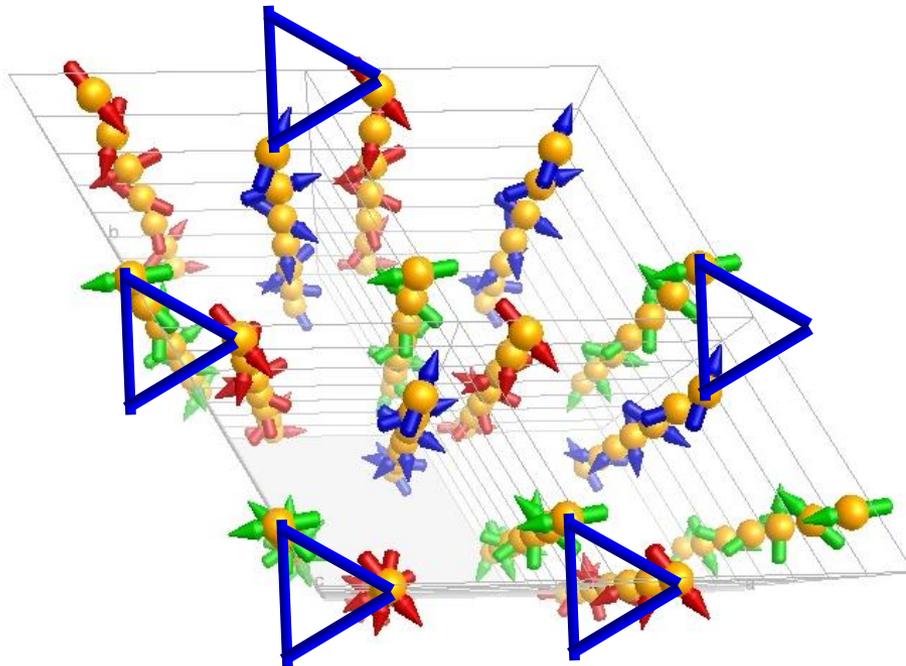
Spectroscopie d'absorption résonnante des niveaux d'énergie nucléaire,  
Sonde de l'environnement électrique (charge, symétrie locale) et magnétique du noyau.

Typiquement dans le domaine des rayons  $\gamma$ , source radioactive, balayage par effet Doppler  
Ex :  $^{57}\text{Co}$  pour  $^{57}\text{Fe}$ , mais ions lourds possibles...

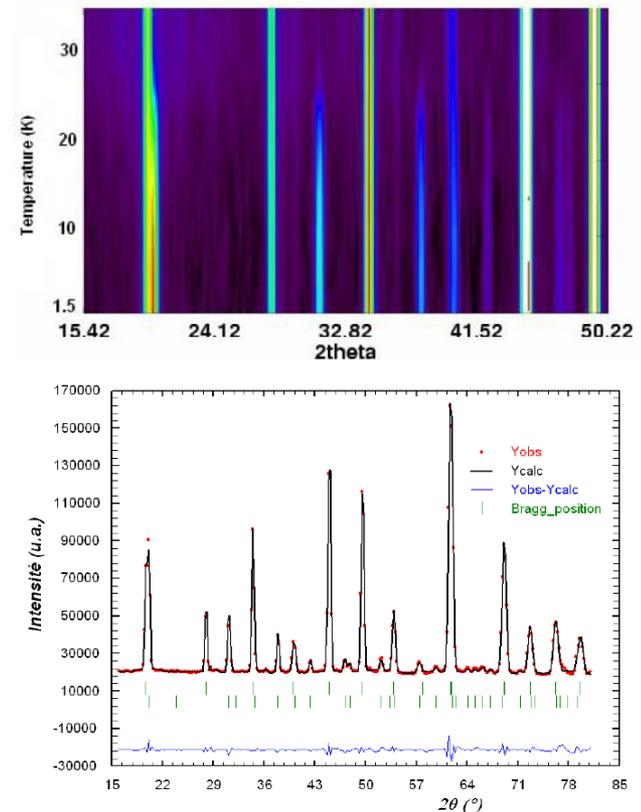


# Diffraction magnétique des neutrons

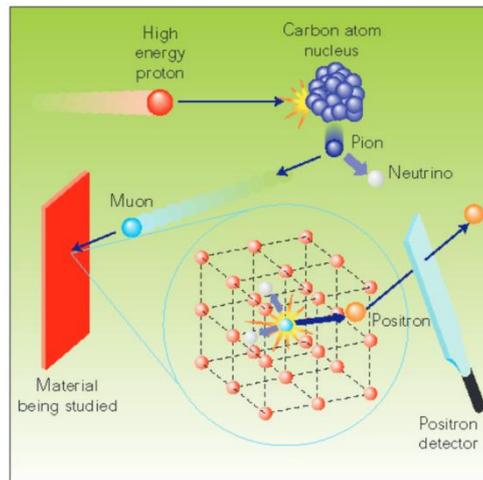
Le neutron, porteur d'un spin interagit avec un matériau selon sa distribution de spins. Dans le cas d'un ordre magnétique (ferro, antiferro, etc...) il y a diffraction et présence de pics de diffraction magnétique, similaires aux pics de Bragg pour la diffraction nucléaire. L'interaction est de nature vectorielle et donne lieu à des dépendances en polarisation. On peut donc réaliser des mesures de diffraction des neutrons polarisés et analyser la polarisation sortante. L'analyse de polarisation permet notamment de séparer le signal d'origine nucléaire et magnétique.



Structure magnétique à  $T < 27\text{K}$  dans  $\text{Ba}_3\text{NbFe}_3\text{Si}_2\text{O}_{14}$



# La spectroscopie de muons ( $\mu$ SR) Sonde locale de l'ordre magnétique



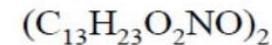
## Le muon:

Masse  $m_\mu \sim 207m_e \sim 1/9m_p$

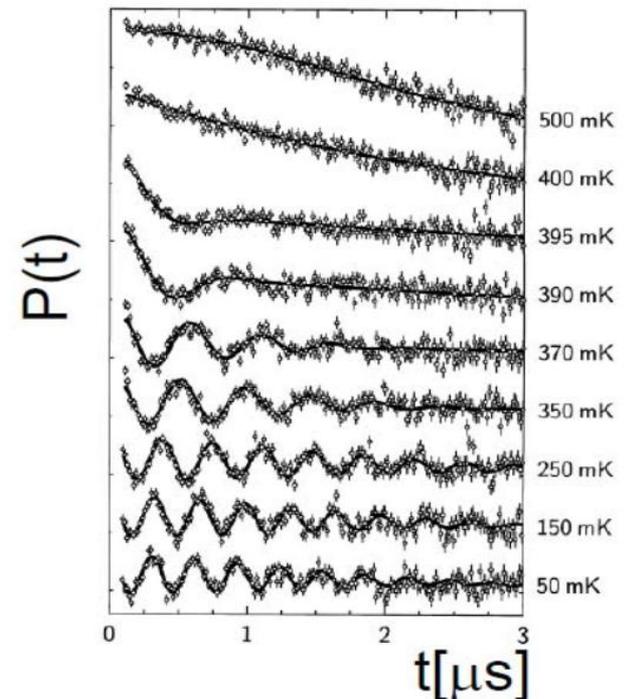
Charge  $q=+e$

Spin  $s=1/2$

Moment magnétique  $\mu_\mu = 3.18 \cdot \mu_p$

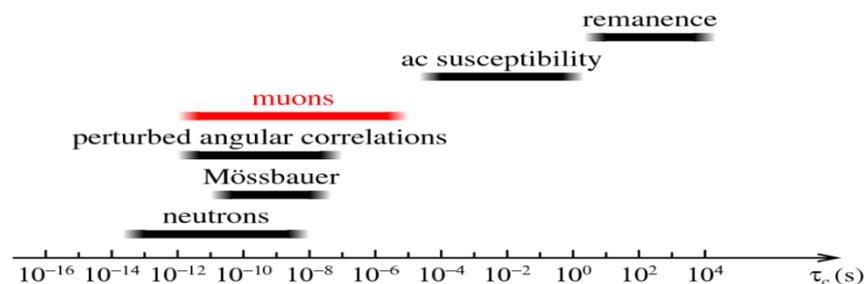


Organic antiferromagnet



On implante dans l'échantillon un faisceau de muons 100% polarisé en spin. Les muons se désintègrent en positrons, émis préférentiellement le long du spin du muon.

On mesure la position des positrons émis pour observer l'évolution temporelle de la polarisation de l'ensemble des muons. Celle-ci dépend du champ magnétique local. Si un ordre magnétique est présent, on observe des oscillation dans l'évolution de la polarisation.



Comparaison des échelles de temps accessibles à différentes techniques

26 mai 2014, ILL Grenoble

Ecole MICO, Pierre Bordet

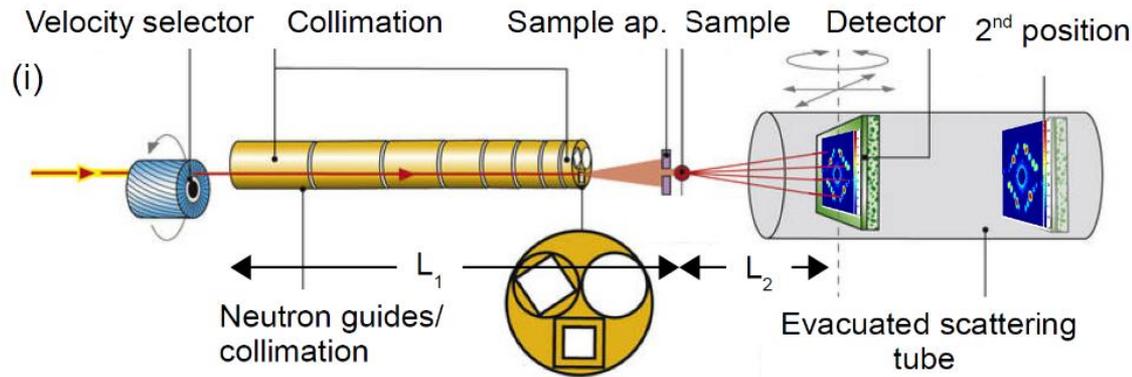
# SANS : Small Angle Neutron Scattering

Visualiser les réseaux de vortex dans un supraconducteur

Longues distances dans l'espace direct



Q faibles, petits angles de diffusion



Neutrons sensibles au contraste magnétique

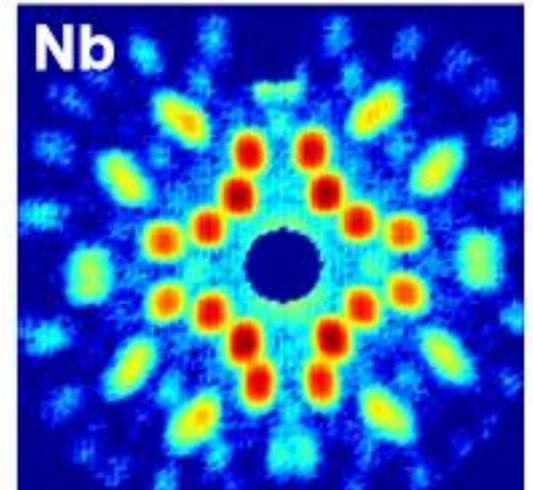
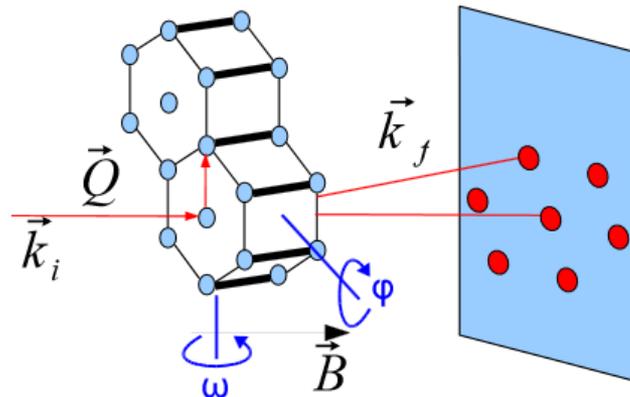
$$\phi_0 = \frac{h}{2e} \quad |\vec{a}_i| = \left( \frac{2\phi_0}{\sqrt{3}B} \right)^{\frac{1}{2}} \quad |\vec{a}_i| = \frac{2\pi}{|\vec{Q}|}$$

Valeurs typiques :

$$B = 1500 \text{ G}, a_0 = 1260 \text{ \AA}$$

$$|\vec{Q}| = 0.0057 \text{ \AA}^{-1}$$

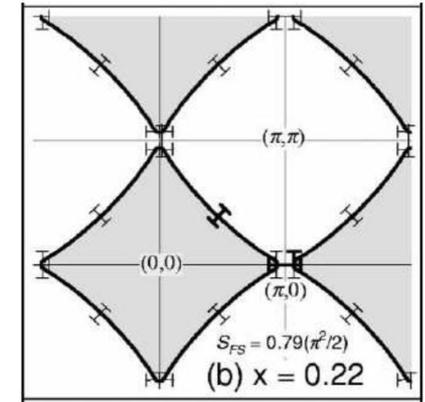
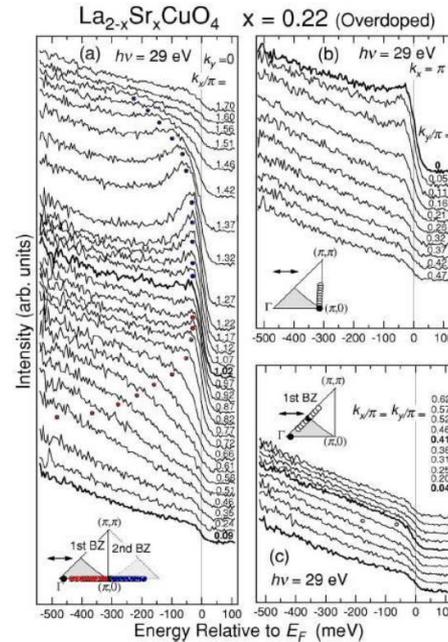
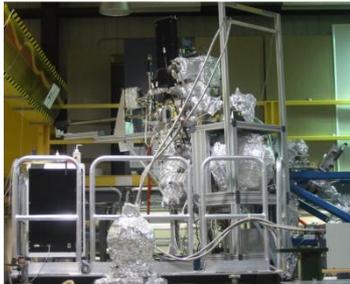
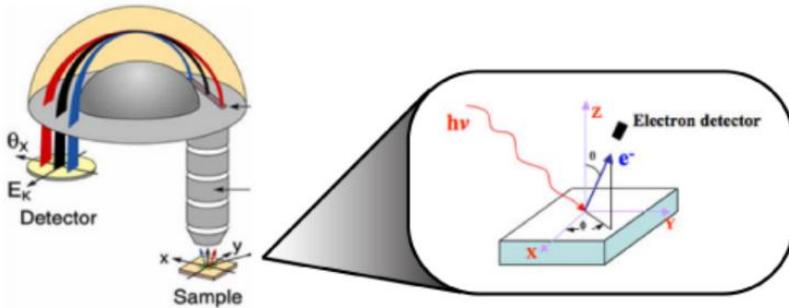
$$2\Theta = 0.52^\circ$$



# Observer la surface de Fermi

ARPES (cf M. Marsi)

Angle Resolved PhotoElectron Spectroscopy, photon in, electron out  
Le photo-électron émis sonde les états autour de la surface de Fermi



A. Ino et al, PRB'02

Nécessite un synchrotron (e.g. SOLEIL). Autrefois, XPS avec lampe He...

On détecte les électrons émis, donc travail sous ultra vide, très sensible à la surface

On peut aussi utiliser l'effet de Haas-van Alphen/ Shubnikov-de Haas (oscillations quantiques)

Nécessite des champs magnétiques élevés. Cf cours C. Proust, MICO, Aussois, 2010

# Phonon, magnons, ODC, etc...

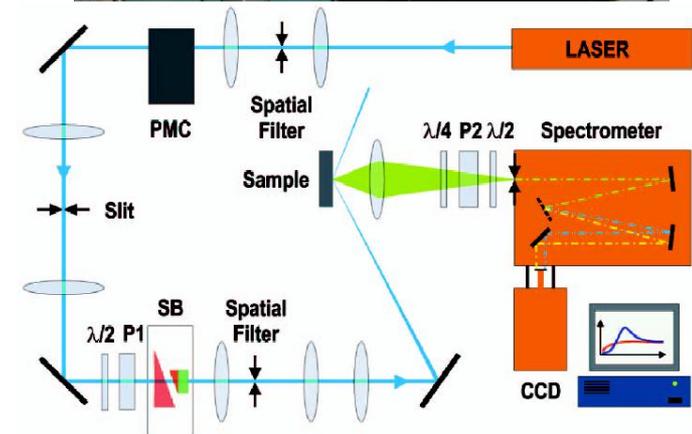
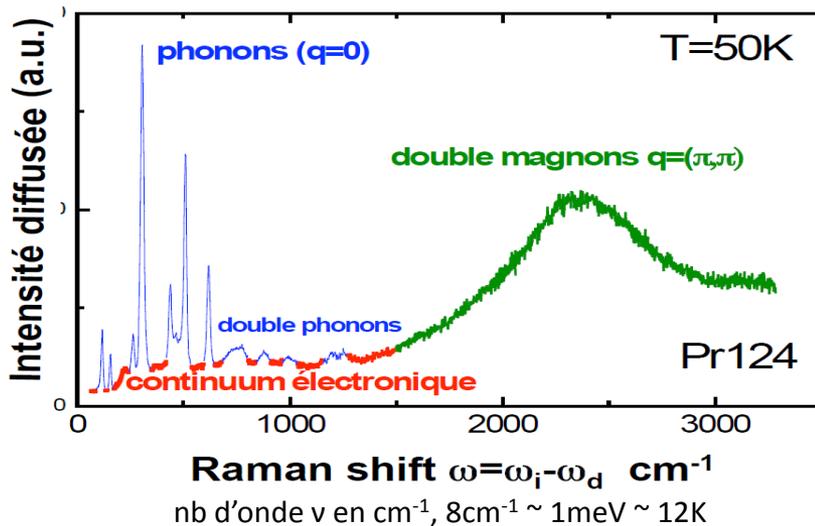
## Spectroscopie de diffusion Raman

L'onde e.m. incidente induit une polarisation, modulée par les fluctuations dans le matériau,  
On mesure la diffusion inélastique (Stokes/antiStokes).

$$\frac{d^2\sigma}{d\Omega d\omega_S} = \frac{V\omega_I\omega_S^3}{(4\pi)^2 c^4} \left| \hat{e}_S \cdot \frac{d\chi(\omega)}{d\xi} \cdot \hat{e}_I \right|^2 \langle Q(q)Q^*(q) \rangle_\omega$$

Tenseur Raman  
Règles de sélection  
Théorie des groupes

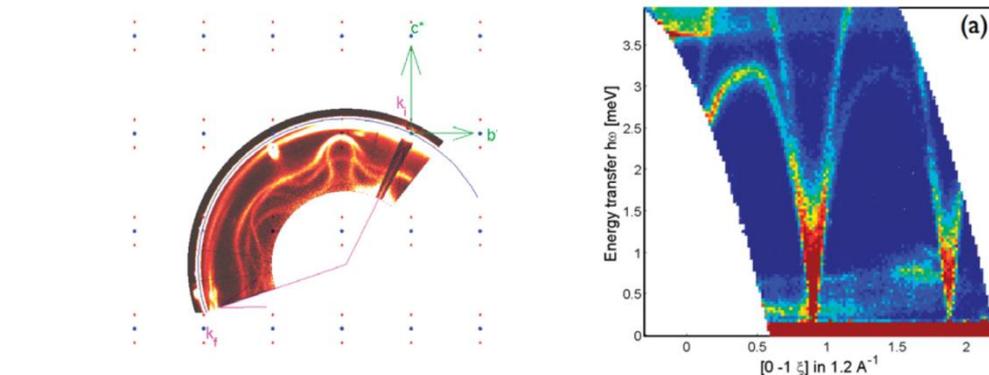
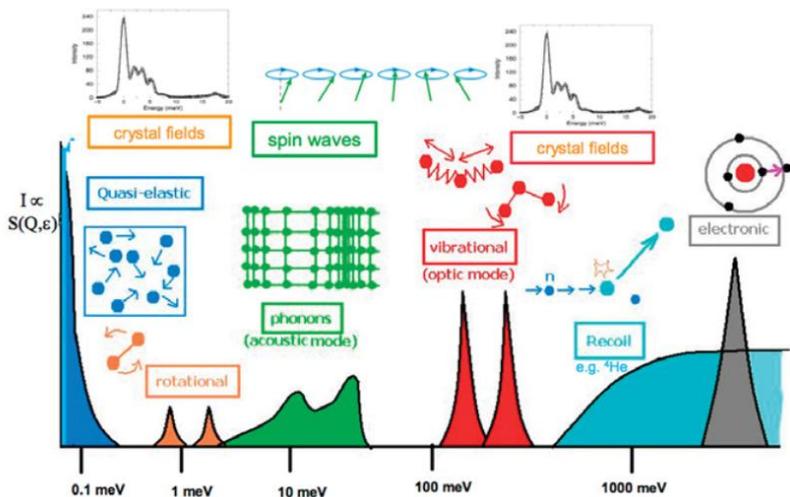
Fluctuations,  
Phonons  
Magnons...



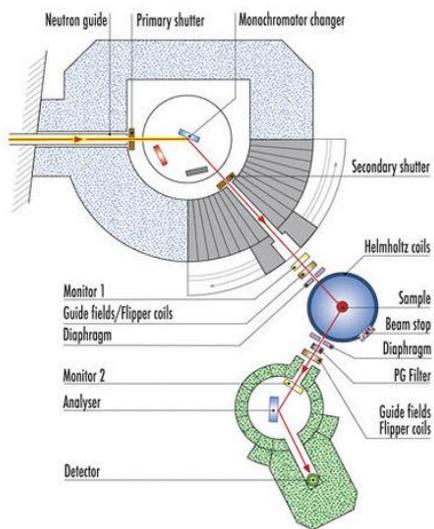
Mesure relativement simple, interprétation quantitative délicate  
 $q \sim 0$  : mesure de centre de zone de Brillouin

# Diffusion Inélastique des neutrons

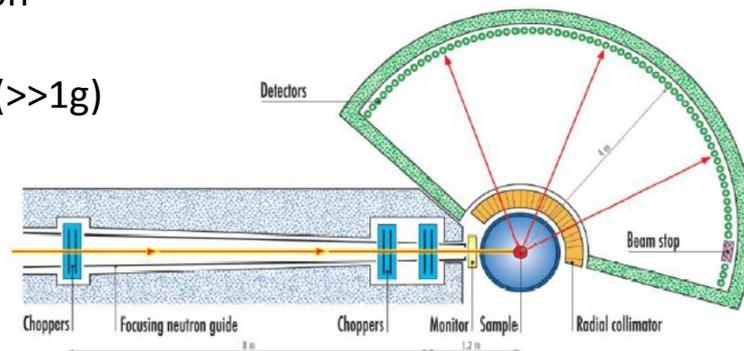
On mesure les neutrons diffusés par l'échantillon en fonction de l'énergie et de la direction dans l'espace réciproque. On n'est pas limité au centre de zone et on peut construire les courbes de dispersion.



Phénomènes accessibles par diffusion inélastique de neutrons



Possibilité de polarisation (séparation phonons/magnons...)  
 Adapter l'instrument en fonction de la gamme d'énergie étudiée  
 Nécessite de gros échantillons (>>1g)



Spectromètre 3-axes IN22@ILL

Spectromètre temps de vol (TOF) IN5@ILL

## *Merci aux sources (involontaires...)*

J. Bobroff  
Ch. Marcenat,  
F. Lévy-Bertrand,  
K. Marty,  
J. Robert,  
Th. Guizouarn,  
D. Dufeu,  
J. Kreisel,  
S. Pairis,  
V. Simonet,  
S. Kodjikian,  
Th. Klein,  
P. Giura & F. Moulin,  
C. Proust  
Y. Gallais  
P. Dalmas de Réotier  
S. Mühlbauer  
...

*La plupart de ses méthodes sont approfondies soit dans cette école, soit dans la précédente (Aussois, 2010). Les cours sont disponibles sur le site du GDR....  
Ainsi que les adresses des enseignants !*

**merci**  
**de votre attention !**





