

# Diffraction des Rayons X Synchrotron sous Champ Magnétique Intense

## Etude du manganite $\text{Ca}_{0.8}\text{Sm}_{0.16}\text{Nd}_{0.04}\text{MnO}_3$

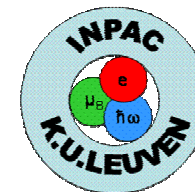
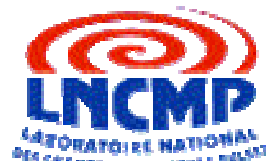
**F. Duc, P. Frings, M. Nardone, J. Billette, A. Zitouni, K. Chesnel, and G.L.J.A. Rikken**  
Laboratoire National des Champs Magnétiques Pulsés, Toulouse, France

**C. Detlefs, T. Roth (ID06)**  
ESRF, Grenoble, France

**J. Vanacken, G. Zhang**  
Pulsveldengroep, INPAC, Louvain, Belgique

**C. Strohm, J.E. Lorenzo**  
Institut Néel, Grenoble, France

**R. Suryanaryanan**  
Laboratoire de Physico-Chimie de l'Etat Solide, Orsay, France



# Outline

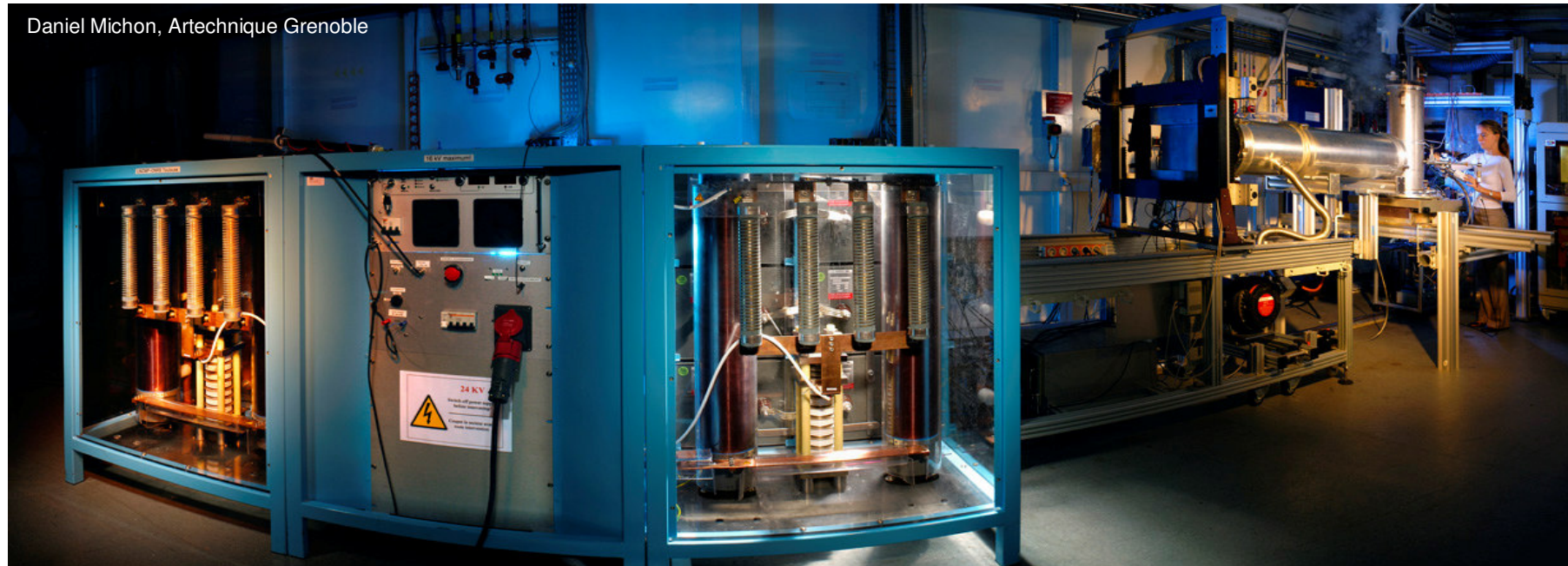
- Le dispositif expérimental
  - Combinaison champ magnétique intense/Diffraction Synchrotron
- Application au manganite dopé en électron  $\text{Ca}_{0.8}\text{Sm}_{0.16}\text{Nd}_{0.04}\text{MnO}_3$ 
  - Caractérisation par diffraction sur poudre vs  $T$  et  $B$
  - Mesures de transport et d'aimantation en champ magnétique pulsé
  - Conclusion
- Perspectives

# Le générateur de champ magnétique pulsé



## Un générateur de champ pulsé transportable

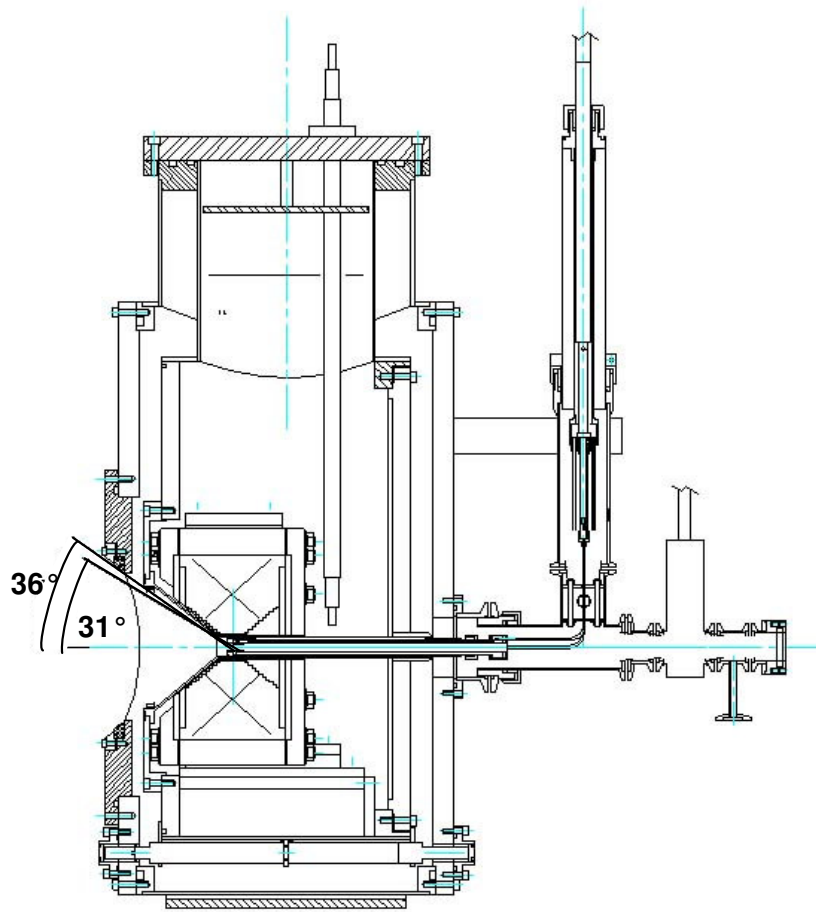
- 2 unités de stockage  
1 unité de contrôle/chargeur
- $C = 1\text{mF}$ ,  $V_{\text{max}} = 24\text{ kV}$ ,  $E_{\text{max}} = 130\text{ kJ}$
- Poids total  $\approx 2.8\text{t}$
- Dimensions:  $1.25 \times 1.30 \times 2.85\text{ m}^3$



# Bobine de champ pulsé et cryogénie

## Caractéristiques bobine

- bobine de fil CuNbTi
- $\varnothing_{\text{bore}} = 20 \text{ mm}$ ,  $\varnothing_{\text{externe}} = 130 \text{ mm}$ ,  $L = 80 \text{ mm}$
- $R = 60 \text{ m}\Omega$  à 77 K
- $\mathbf{B} //$  faisceau (géométrie Faraday)
- Bobine immergée dans  $\text{LN}_2$
- Angle d'ouverture de la bobine:  $40^\circ$
- Angles optiques accessibles:  $\rightarrow 31^\circ/36^\circ$



$\mathbf{B}$



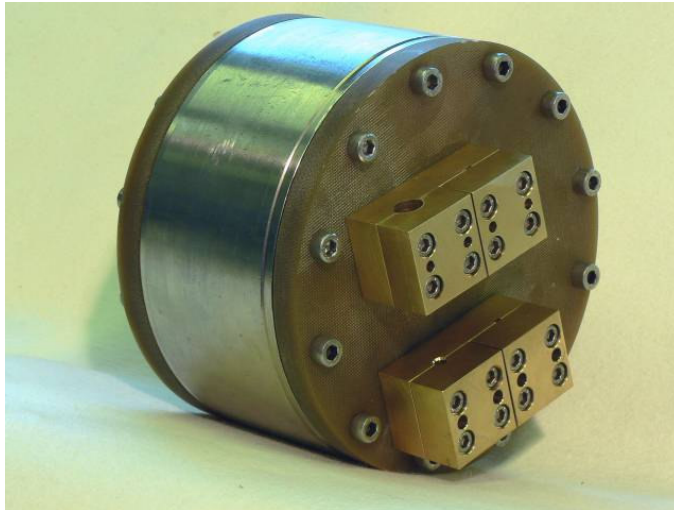
Géométrie Faraday

## Cryostat Helium

- Cryostat à circulation d'He
- $5 < T < 300 \text{ K}$
- Capteurs de  $T$  (2)
- Bobine pick-up  $dB/dt$  (Champ)

# Bobine de champ pulsé et cryogénie

Bobine

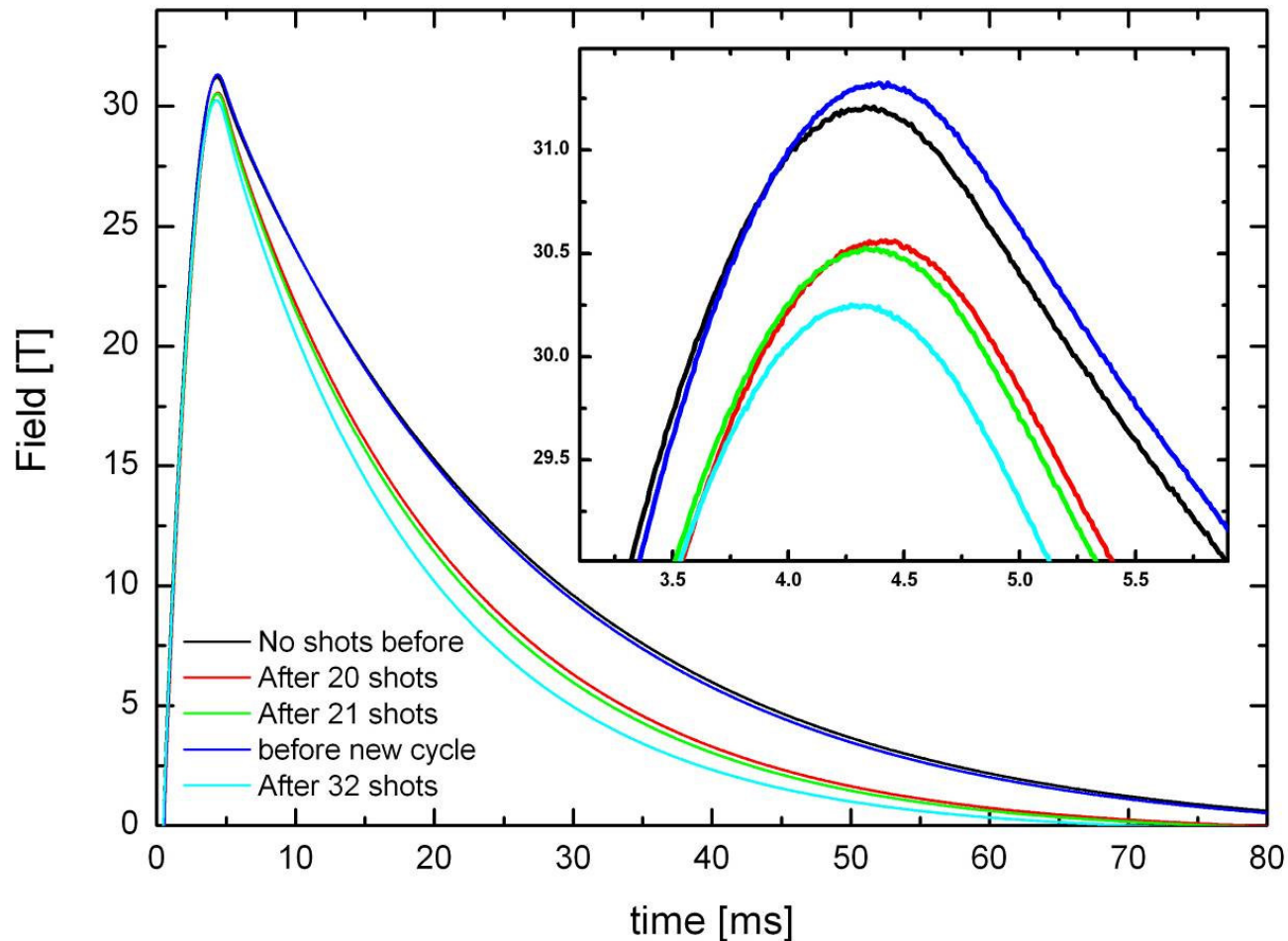


Cryostat LN<sub>2</sub>



Coil design: J. Billette (LNCMP), cryostat design: M. Nardone, A. Zitouni (LNCMP)

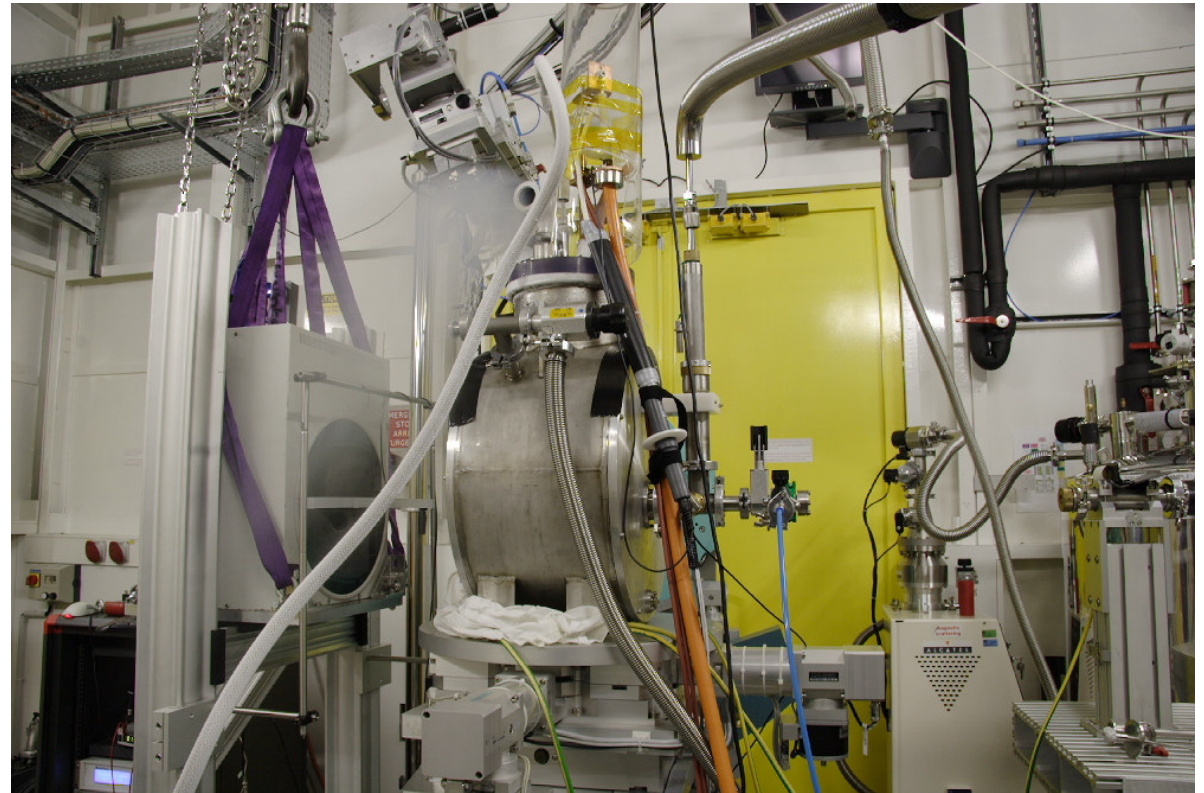
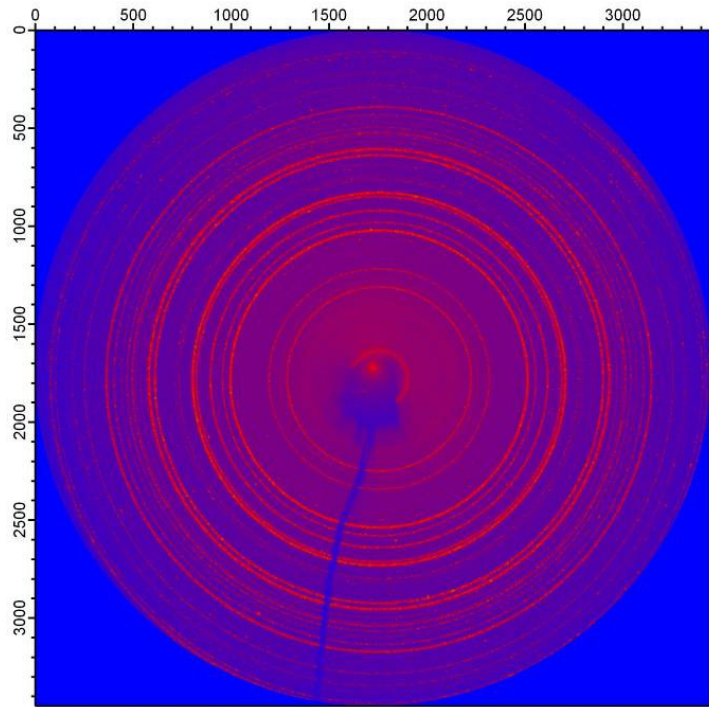
# Caractéristiques du champ magnétique pulsé



- Champ max = 30 T
- Temps de montée = 5ms
- FWHM  $\approx$  18ms

Limite de 30 T fonction du type de fil  $\rightarrow$  "duty cycle", fatigue...

# Diffraction sur poudre en champ intense sur ID20

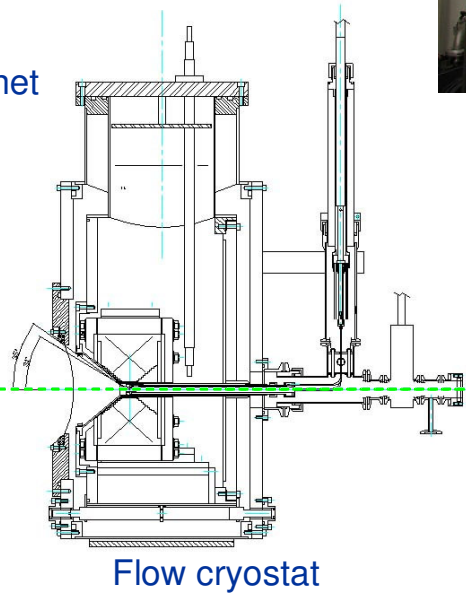


LN<sub>2</sub> cooled 30T magnet

Image plate detector  
On-line readout



Beam stop



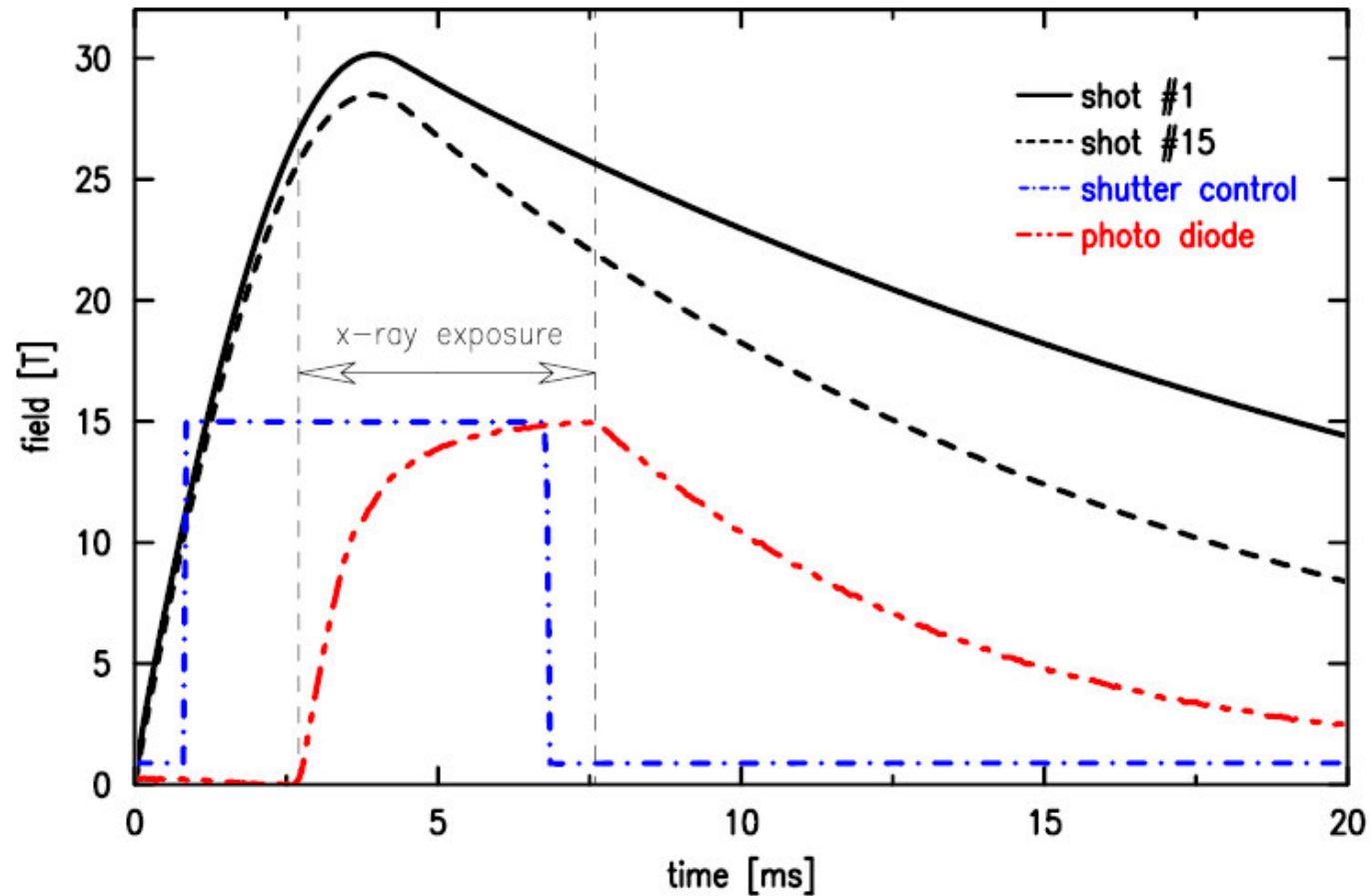
APD

APD  
Avalanche Photodiode

Shutter

ID20  
Monochromatic 21keV beam

# Acquisition des données - Synchronisation



- Synchronisation ouverture faisceau RX/ $B_{\max}$
- Signal intégré sur une impulsion ( $\approx 2-5\text{ms}$ )
- Echauffement de la bobine après une séquence de tirs



# Les manganites dopés en électron $\text{Ca}_x\text{Sm}_{1-x}\text{MnO}_3$ ( $x > 0.5$ )



-  $T = T_N = T_S$ : transition du 1<sup>er</sup> ordre structurale et magnétique

Paramagnétique (PM)  
orthorhombique  $Pnma$



Antiferromagnétique (AFM)  
Monoclinique  $P2_1/m$

Semi-métal



Isolant

Coexistence  
à BT

Séparation de phase  
électronique et magnétique

Phase majoritaire:  $P2_1/m$  AFM  
Phase minoritaire:  $Pnma$  AFM  
+  
 $Pnma$  FM  
petits domaines

- Effet du champ magnétique:  $T < T_N$

- Propriétés de **magnétorésistance**
- Transition **métamagnétique** + **transition structurale induite par le champ**

# Les manganites dopés en électron $\text{Ca}_x\text{Sm}_{1-x}\text{MnO}_3$ ( $x > 0.5$ )

Magnétorésistance colossale pour  $x = 0.85$   
 $\text{Ca}_{0.85}\text{Sm}_{0.15}\text{MnO}_3$

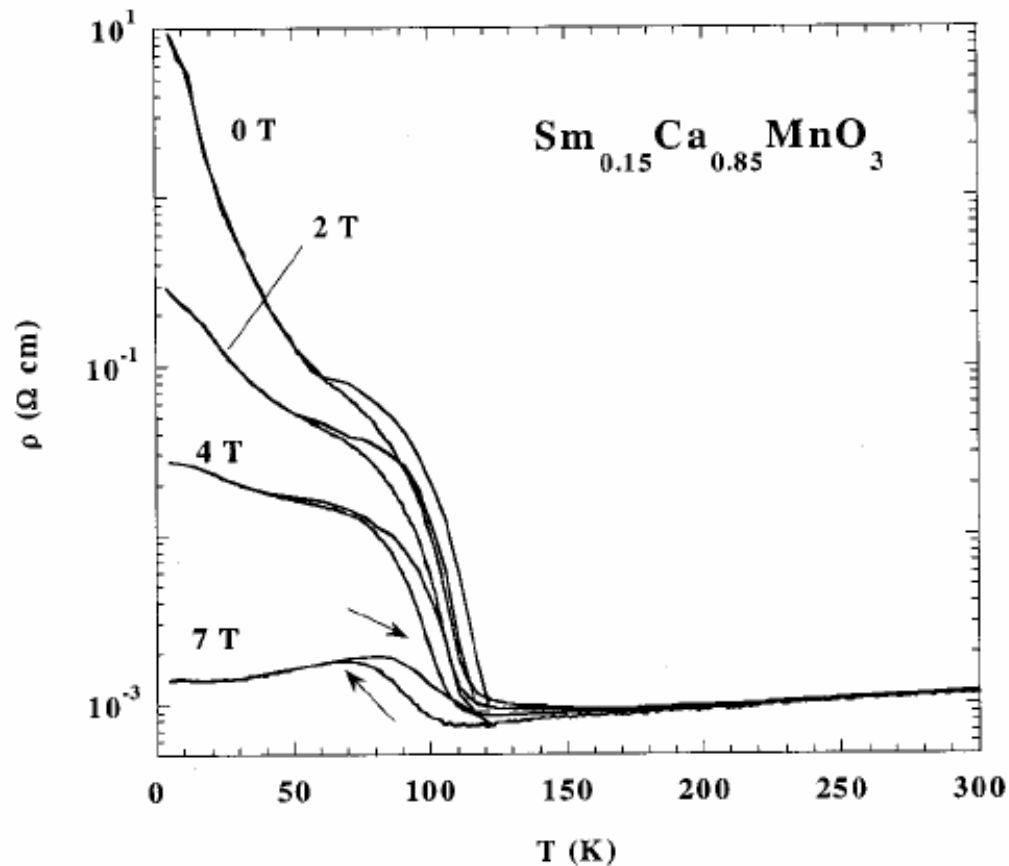
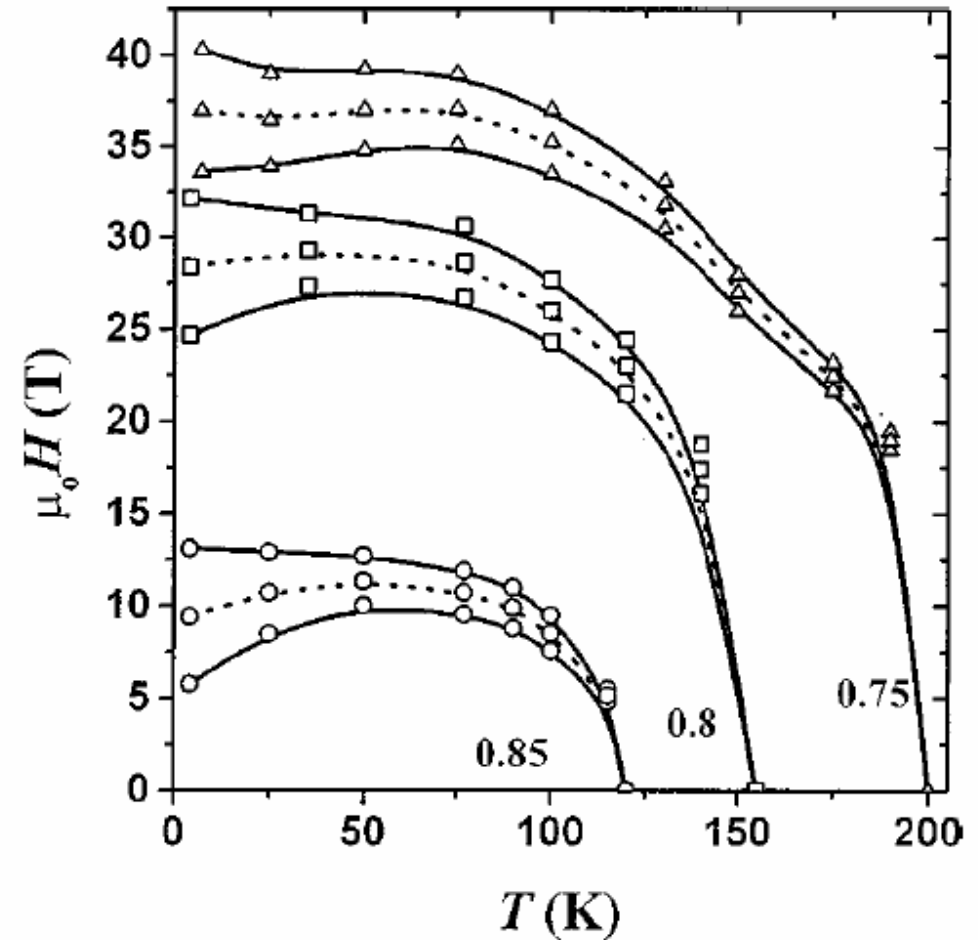
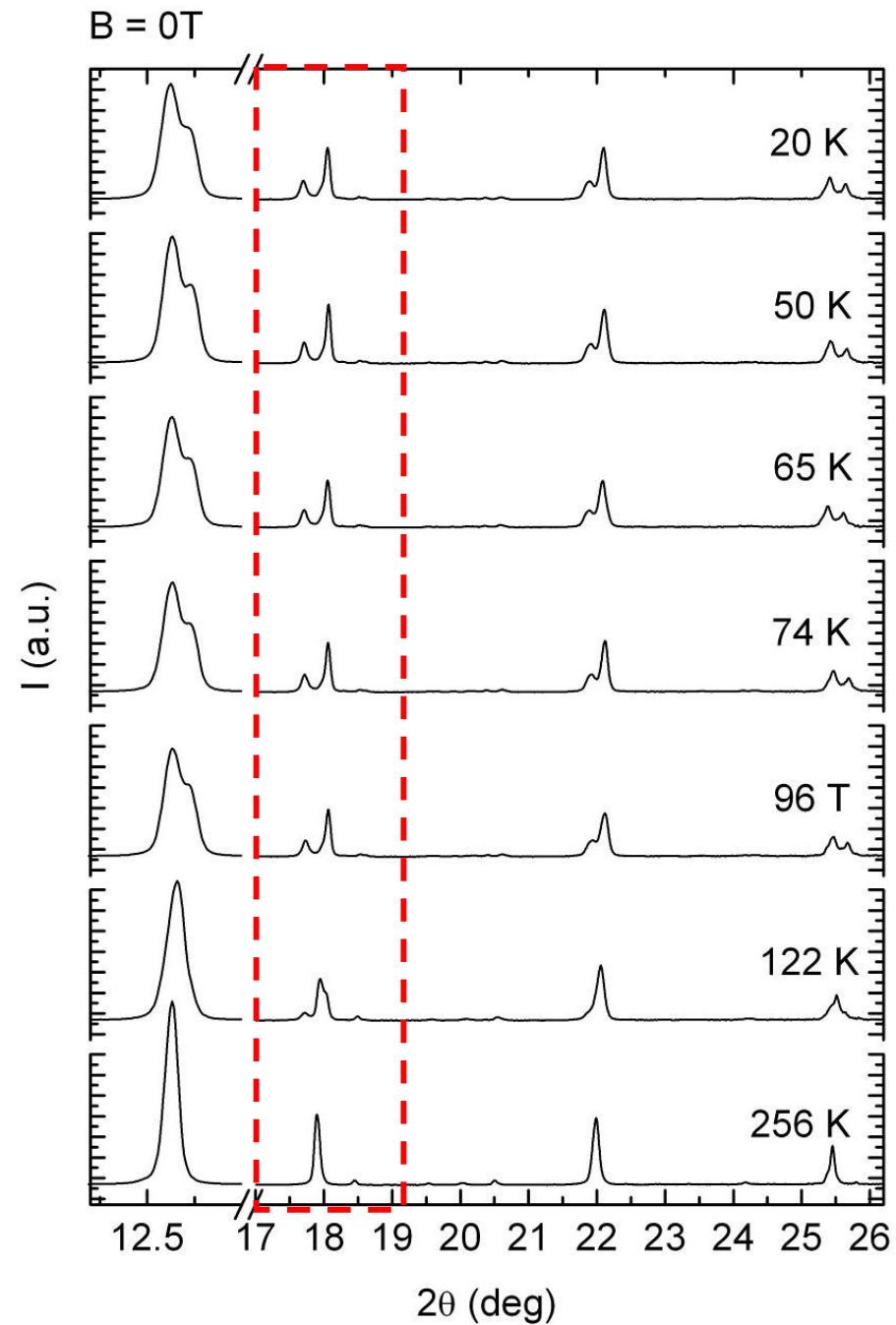
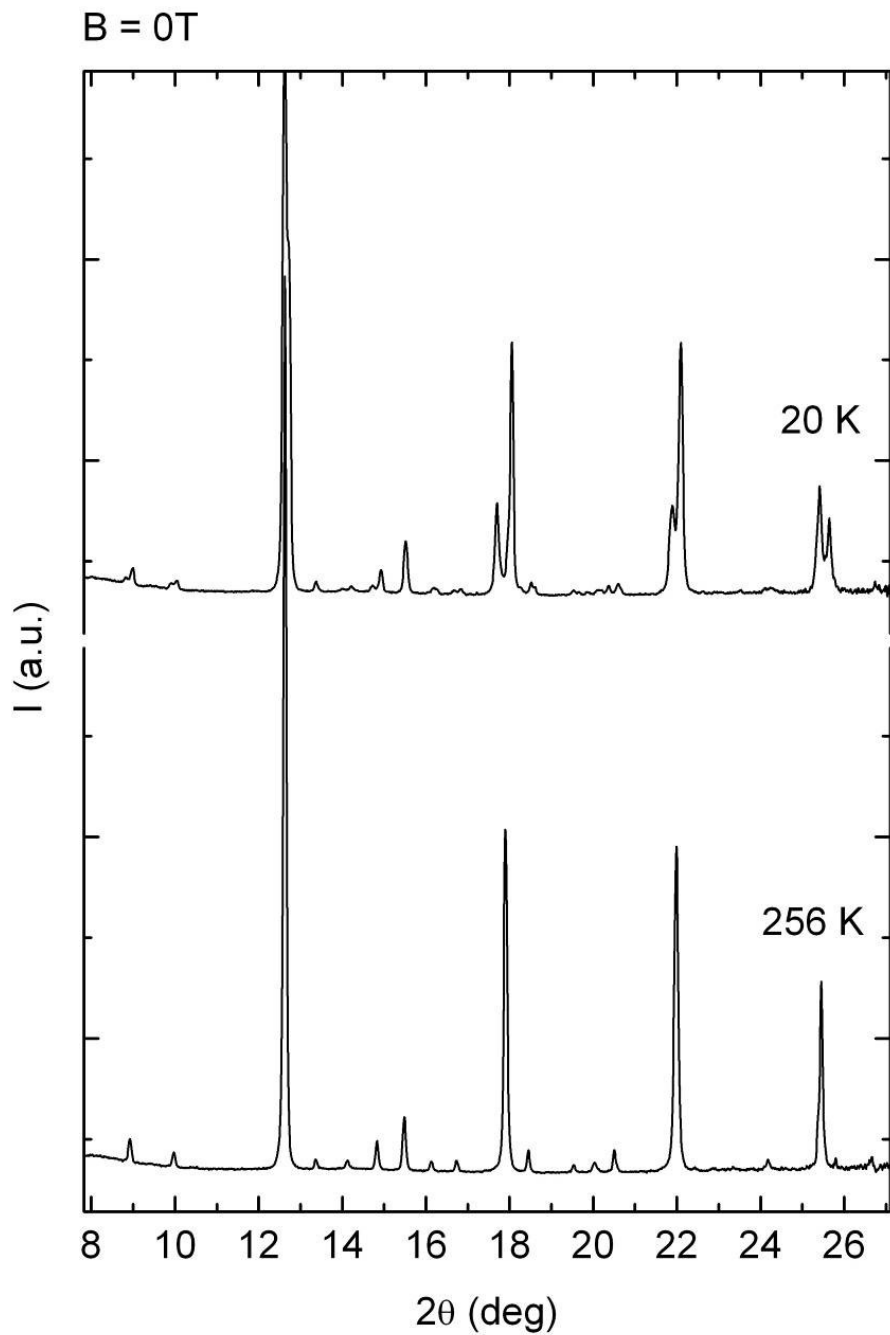


Diagramme de phase  $H$ - $T$

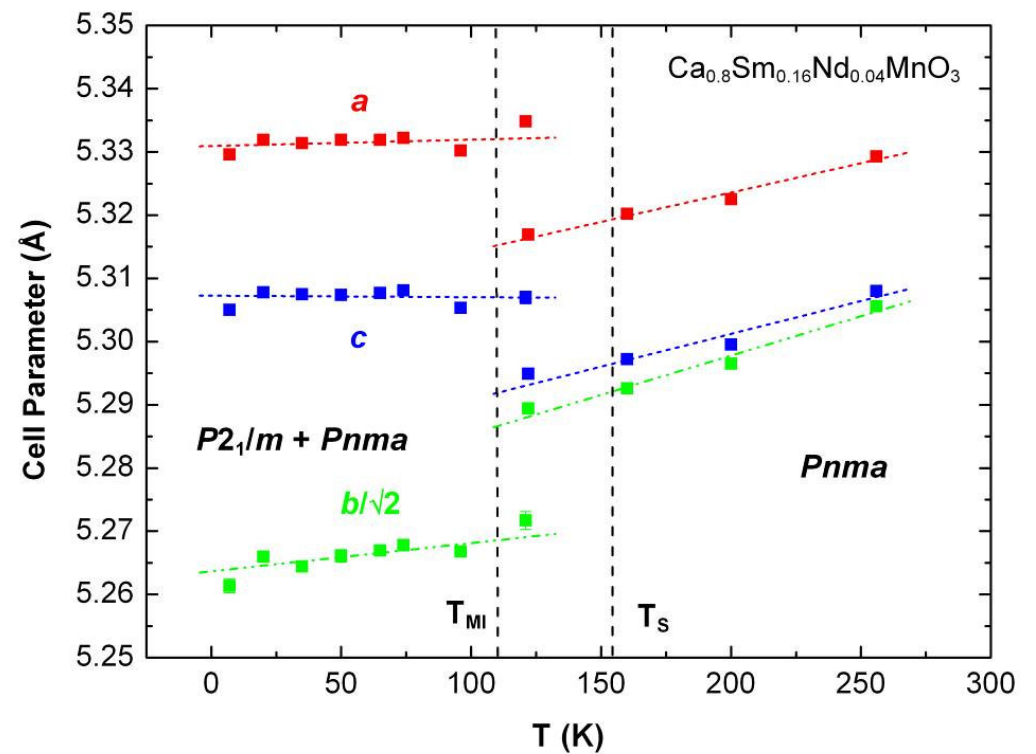
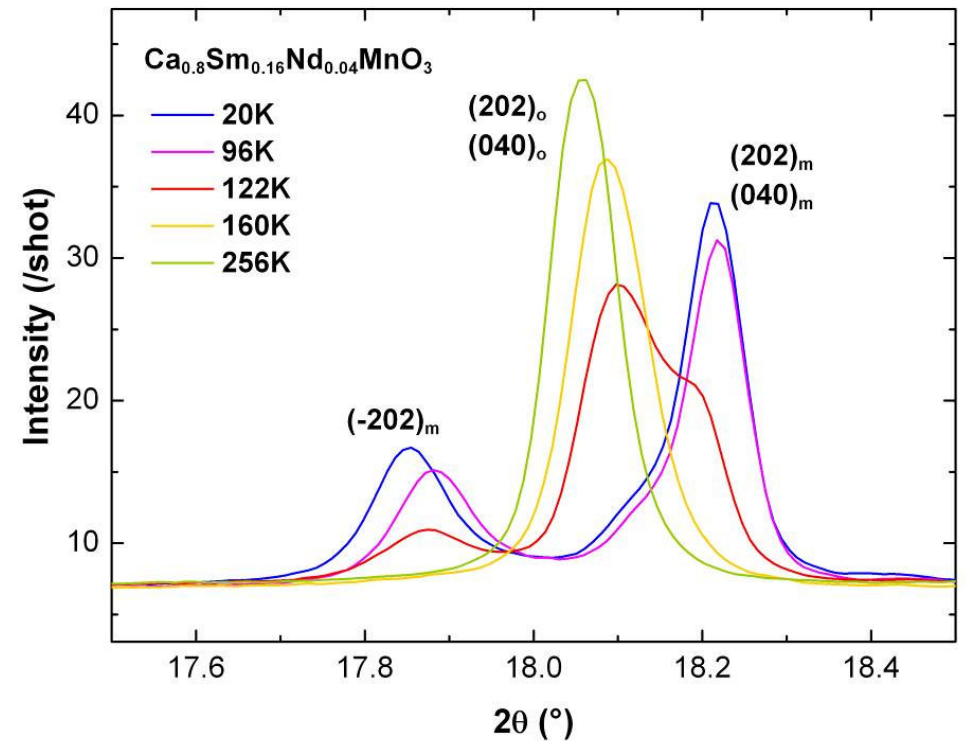


# $\text{Ca}_{0.8}\text{Sm}_{0.16}\text{Nd}_{0.04}\text{MnO}_3$ : Diffraction sur poudre vs $T$

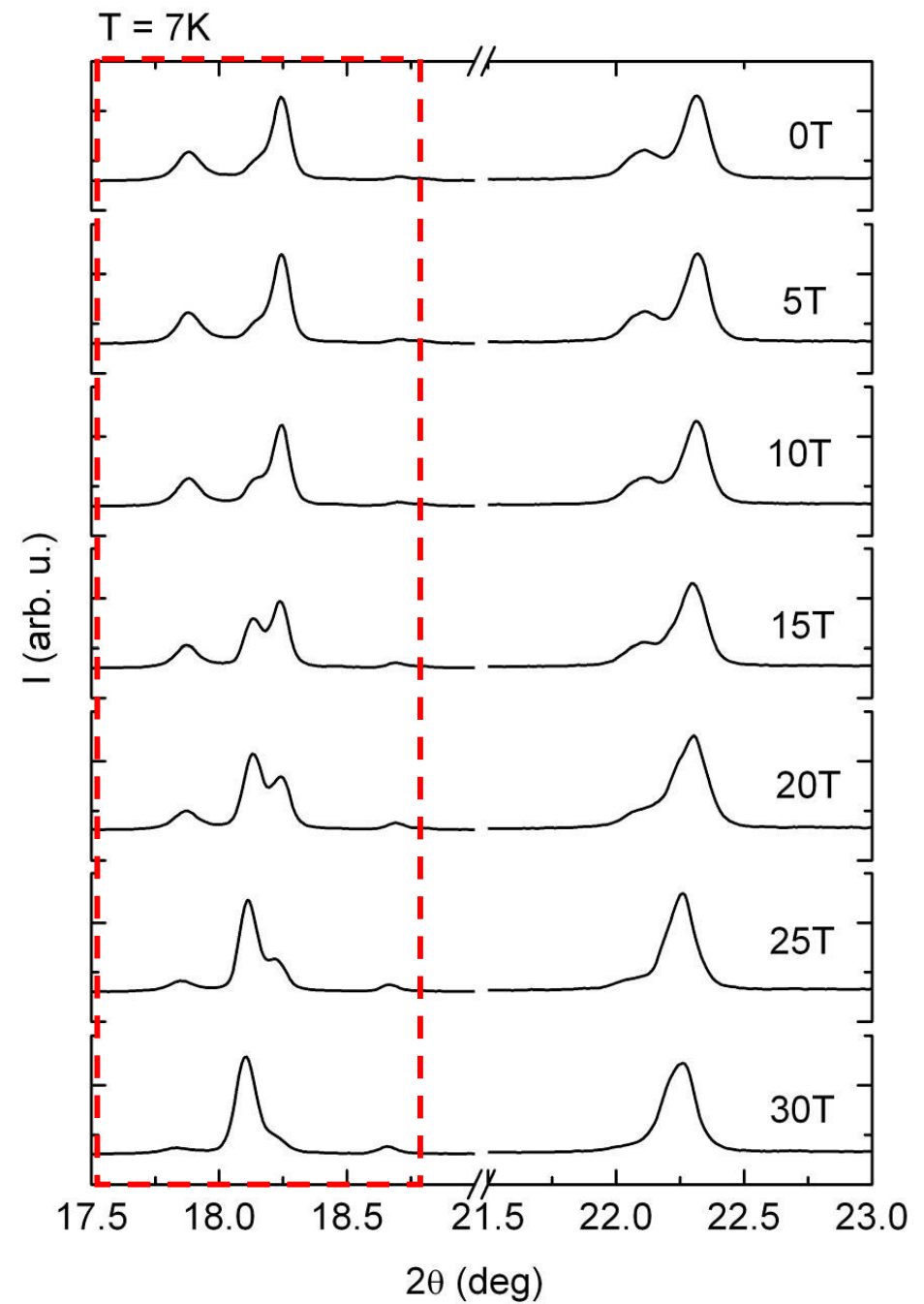
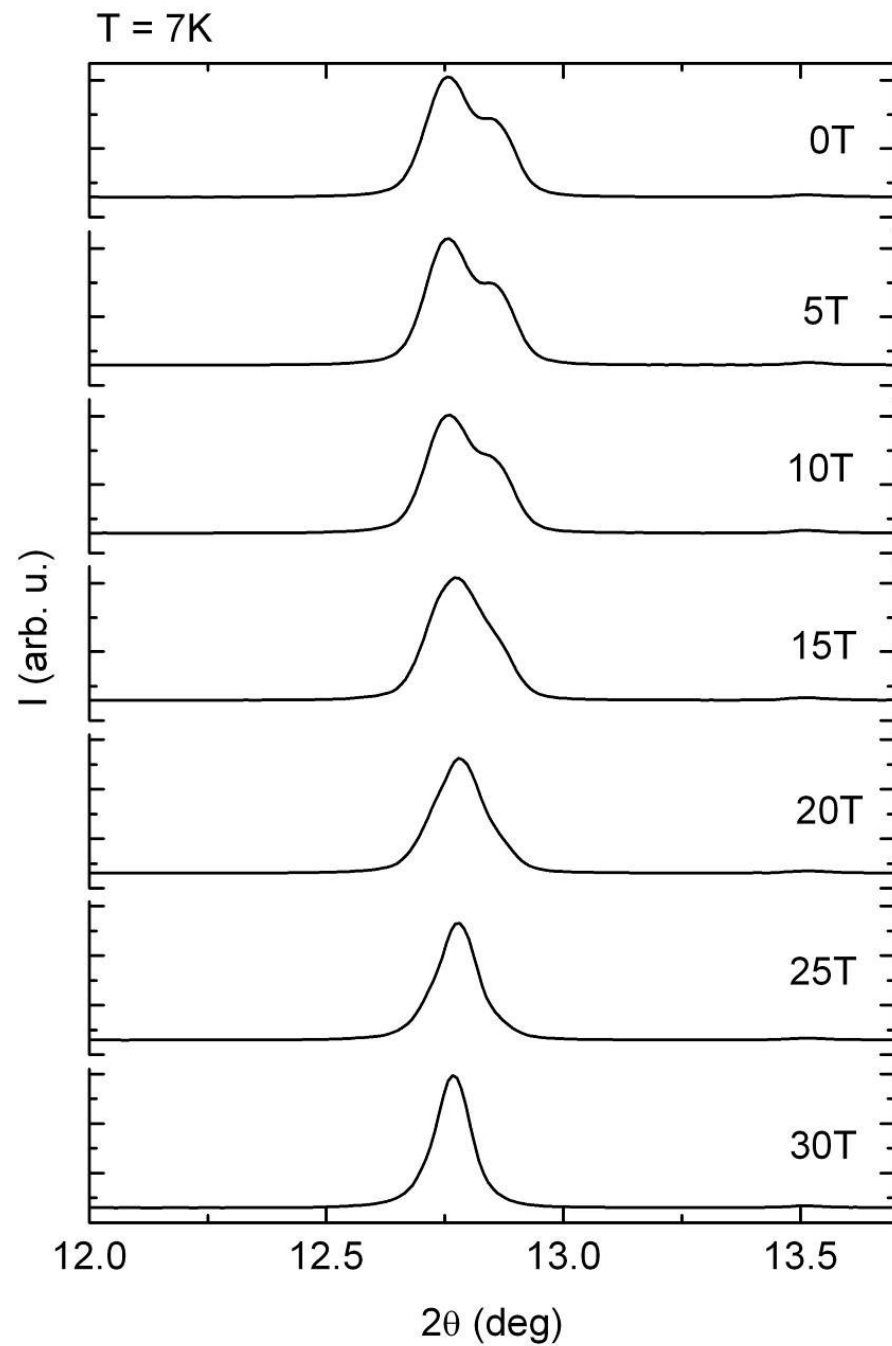


# $\text{Ca}_{0.8}(\text{Sm},\text{Nd})_{0.2}\text{MnO}_3$ Diffraction sur poudre vs $T$

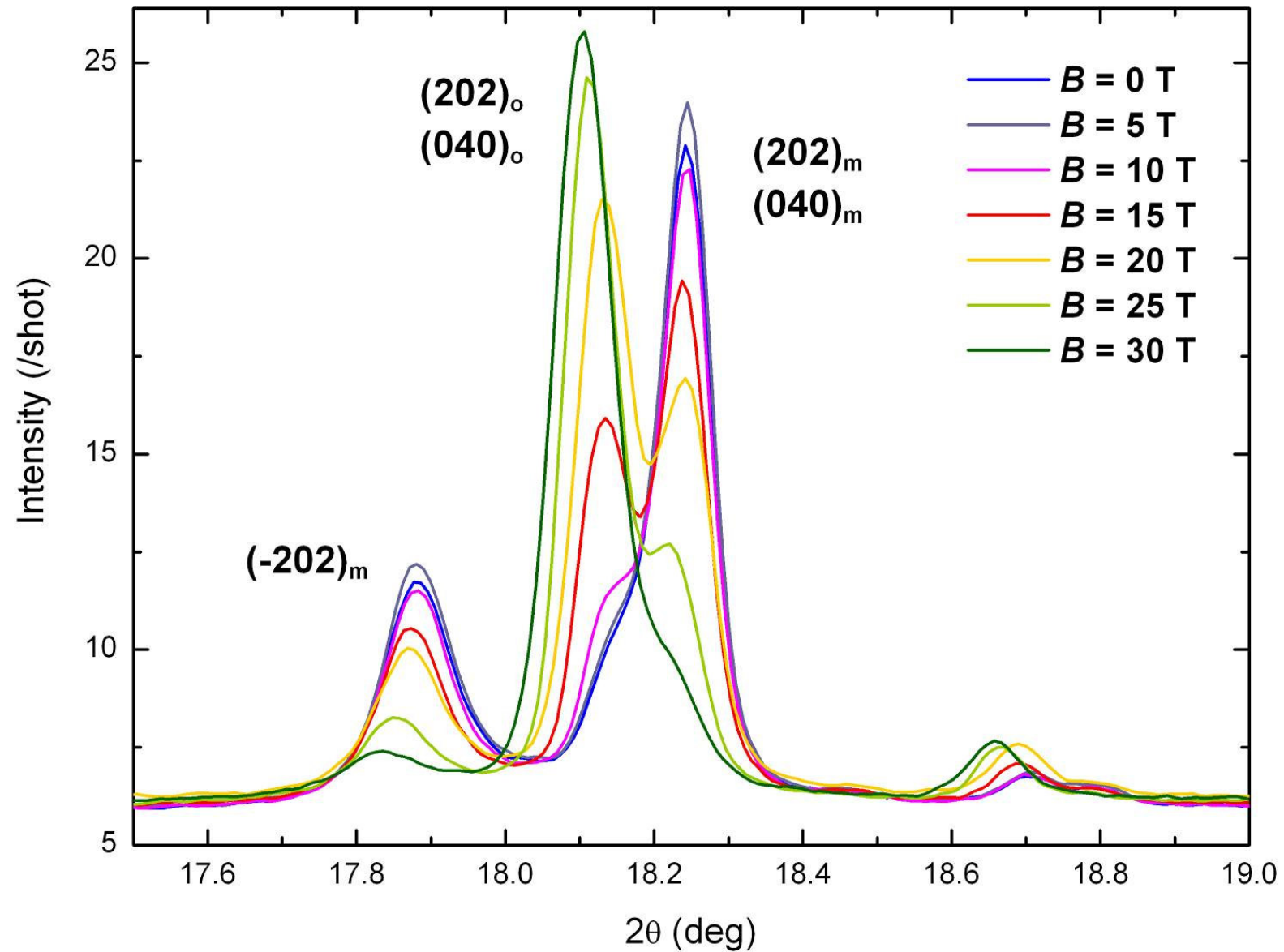
- $T \geq 160$  K:
  - Structure orthorhombique  $Pnma$
- $122 \leq T < T_S$ 
  - Domaine biphasé:  $Pnma + P2_1/m$
  - $T = 122$  K:
    - $P2_1/m \rightarrow 33 \pm 1 \%$
- $T < 122$  K: domaine biphasé
  - Phase majoritaire: monoclinique
  - $P2_1/m \rightarrow 84-85 \pm 1 \%$
  - Phase minoritaire: orthorhombique
  - $Pnma$



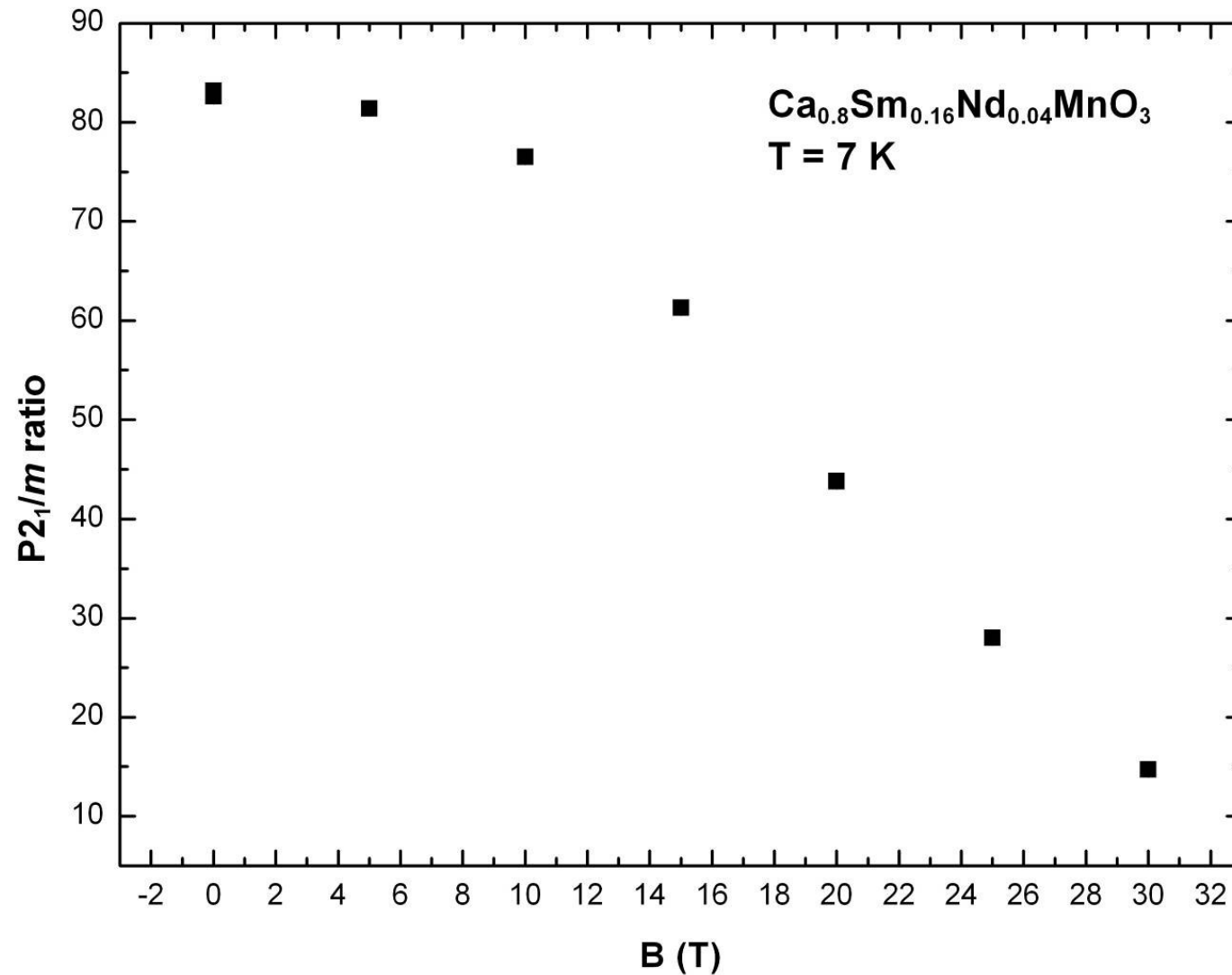
# Transition structurale induite par le champ



# Transition structurale induite par le champ



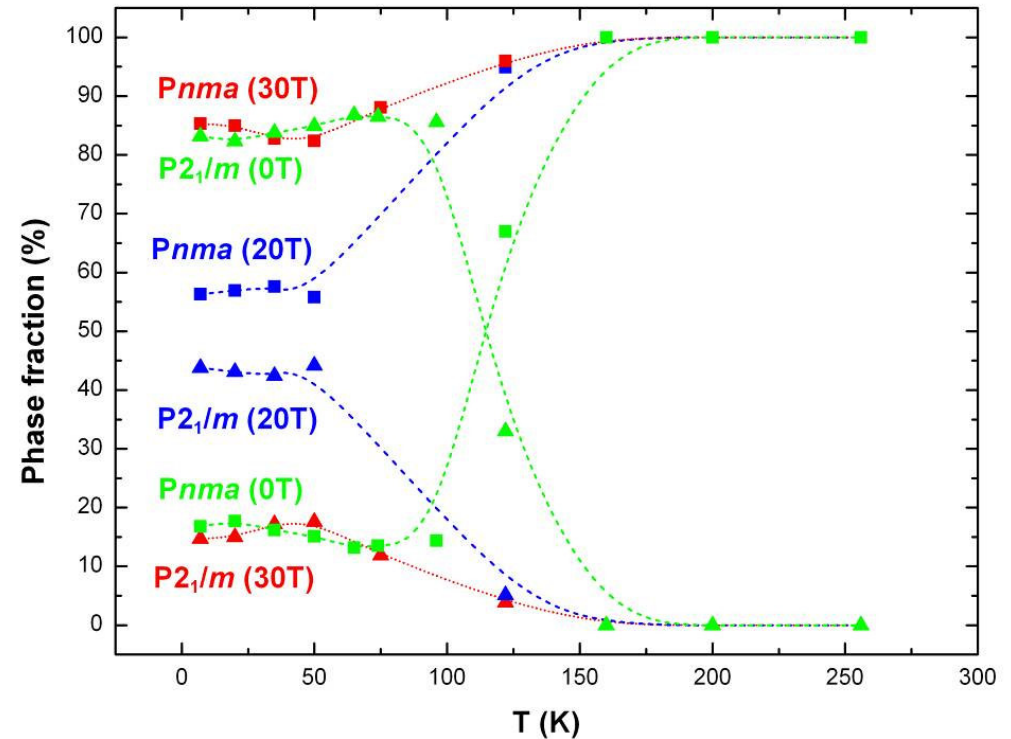
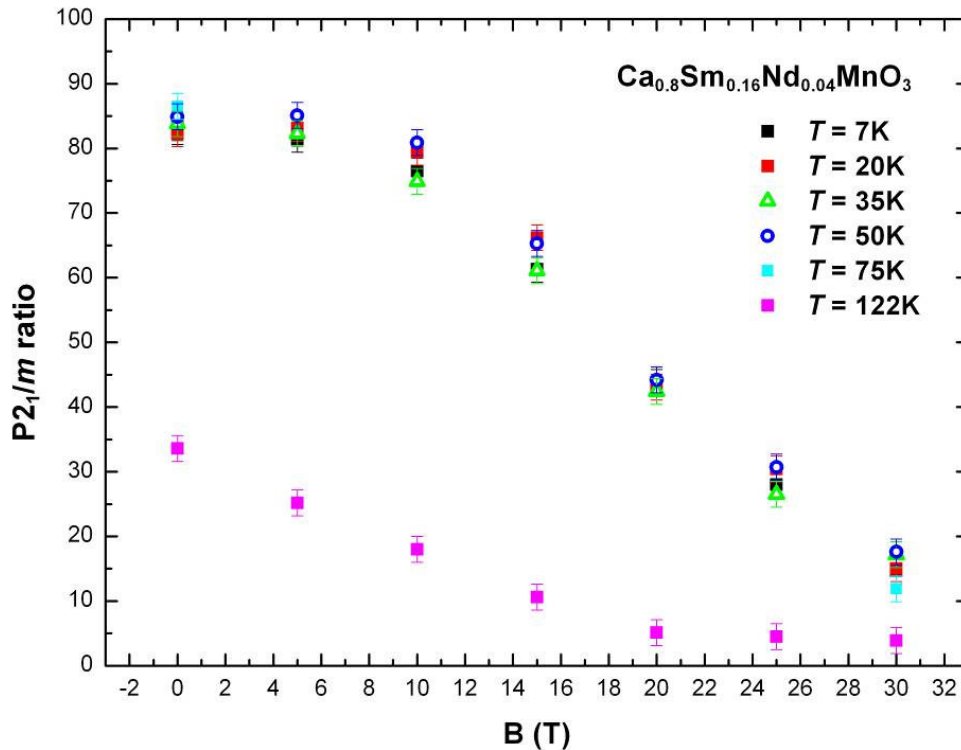
# Transition structurale induite par le champ



***Effet de B***

phase **monoclinique** majoritaire  phase **orthorhombique** majoritaire

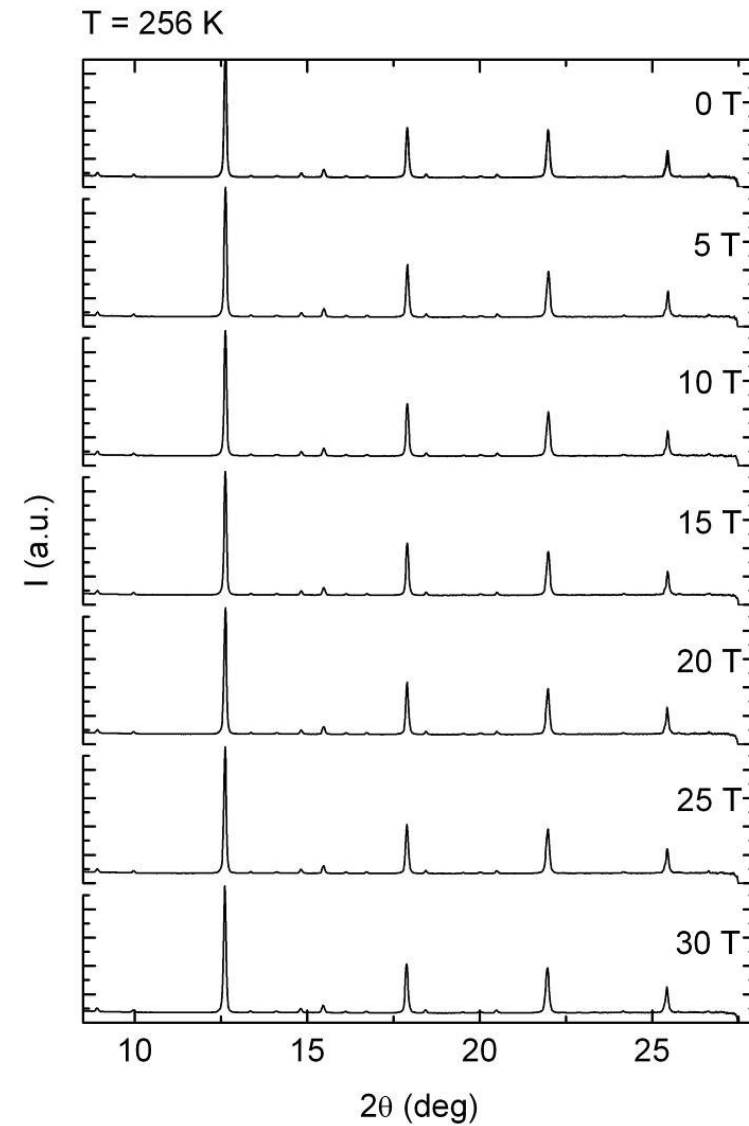
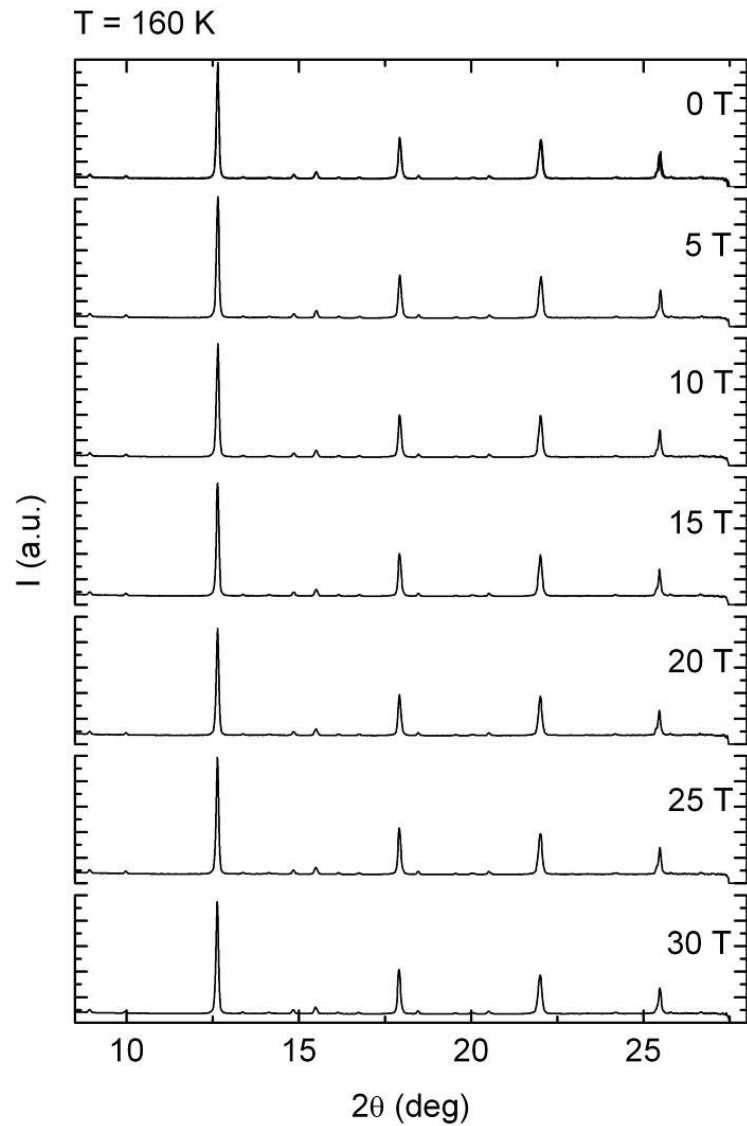
# Transition structurale induite par le champ



- $T < T_S$ :  $P2_1/m$  monoclinique  $\rightarrow$   $Pnma$  orthorhombique
- A 30 T:  $\sim 15\%$   $P2_1/m$  subsiste  $\rightarrow$  coexistence de 2 phases



# Diffraction sur poudre vs $B$

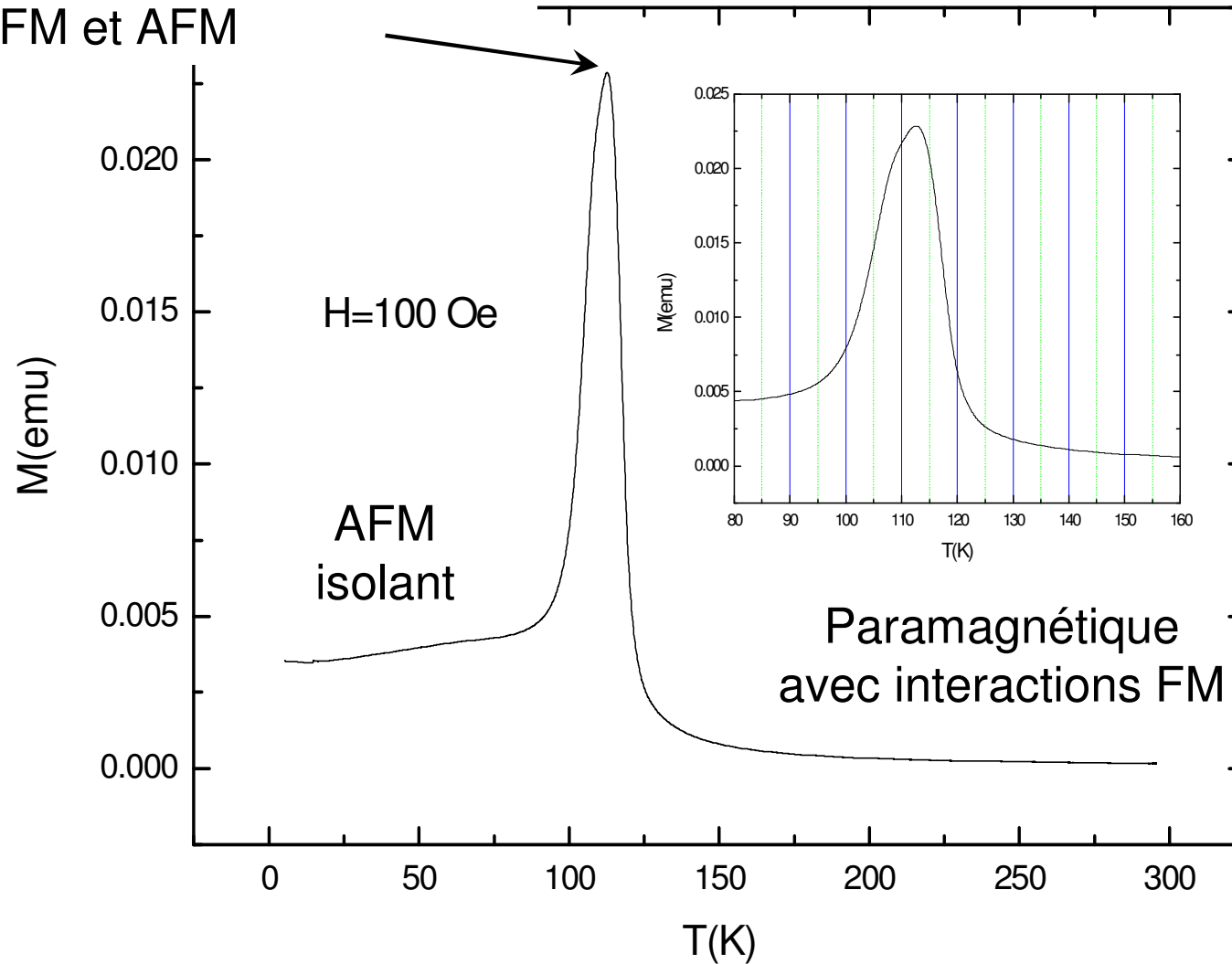


- $T \geq 160$  K  $\rightarrow$  structure orthorhombique  $Pnma$

# $\text{Ca}_{0.8}(\text{Sm},\text{Nd})_{0.2}\text{MnO}_3$ : Aimantation vs $T$

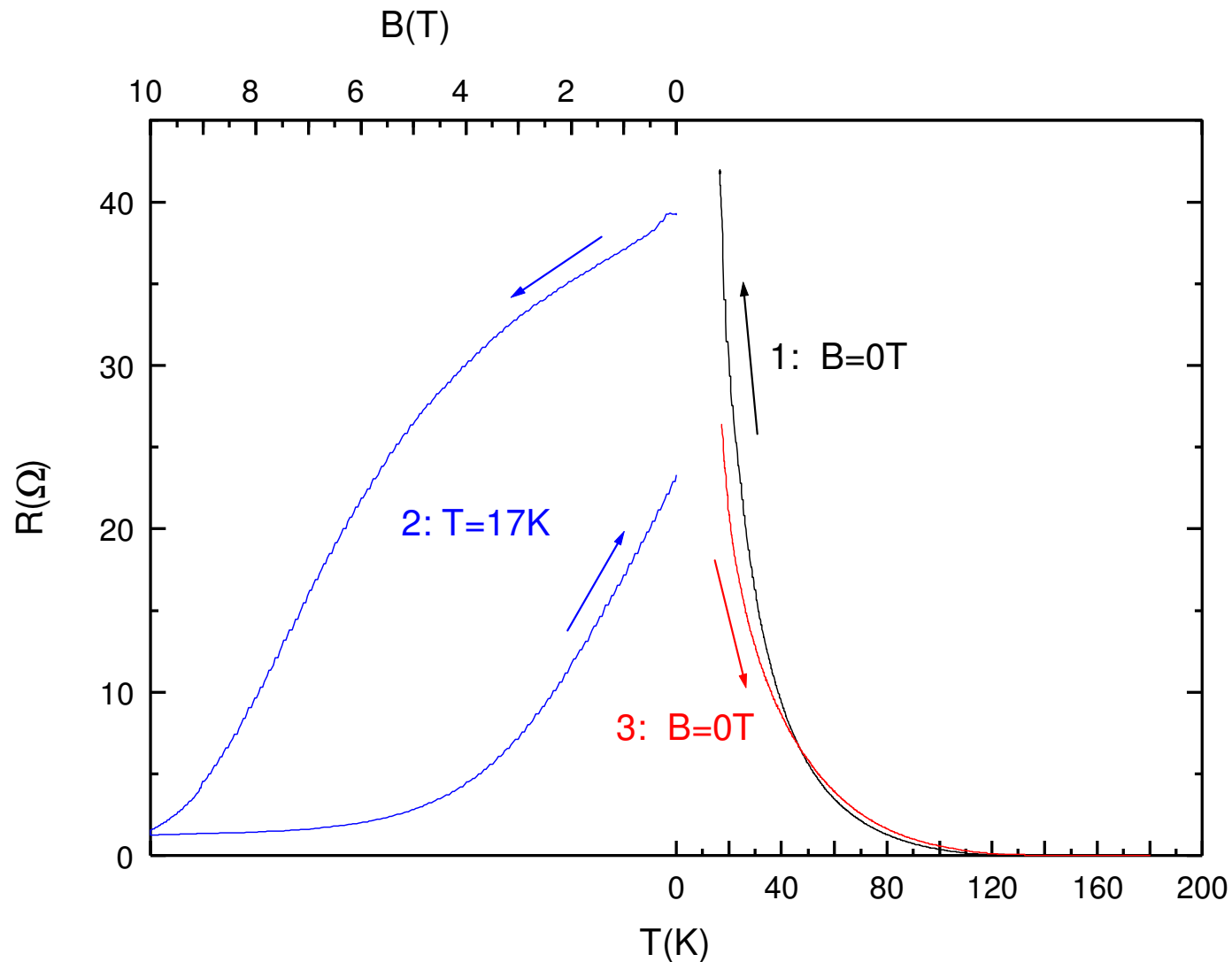
Compétition forte entre interactions

FM et AFM



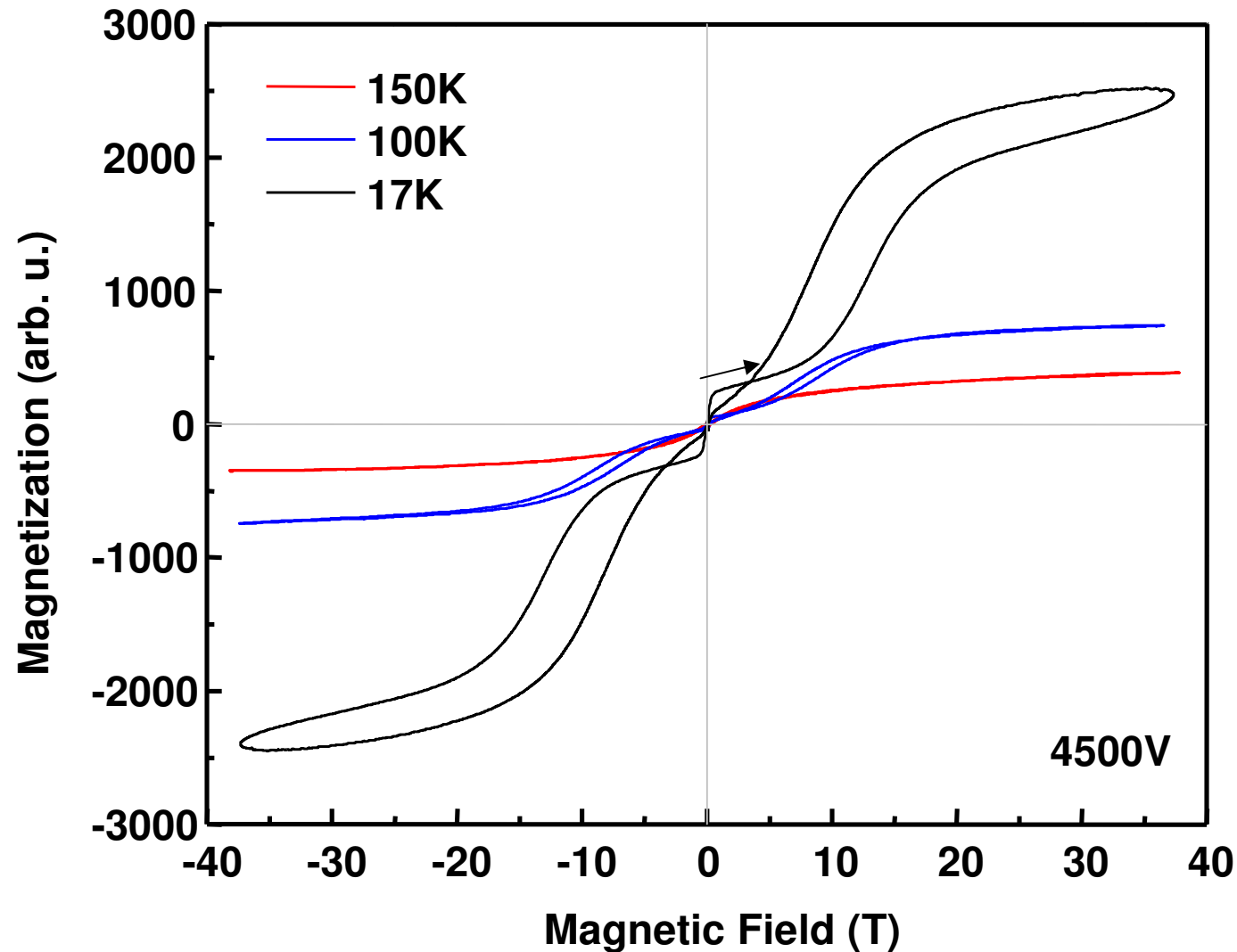
- $T_N \sim 112$  K: Transition magnétique

# $\text{Ca}_{0.8}(\text{Sm},\text{Nd})_{0.2}\text{MnO}_3$ : Résistivité vs $T$ (FC & ZFC)



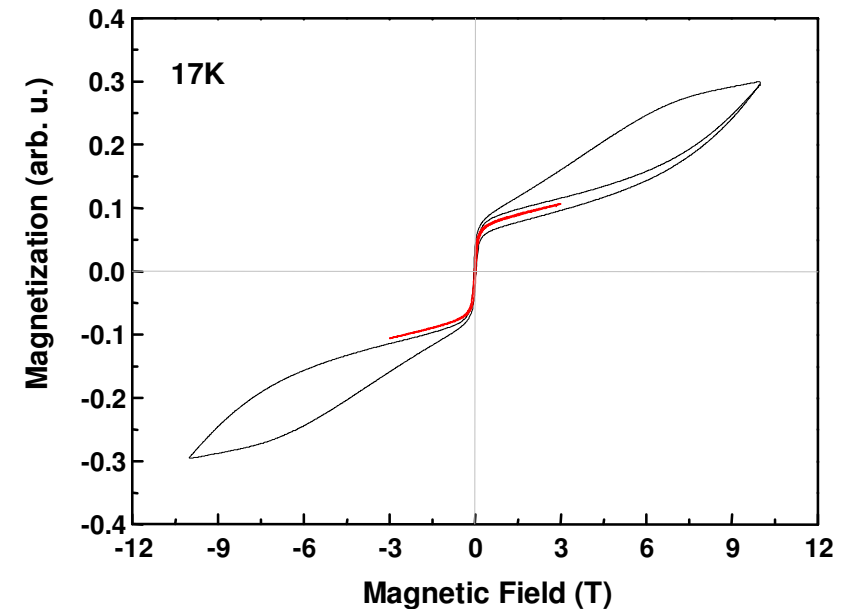
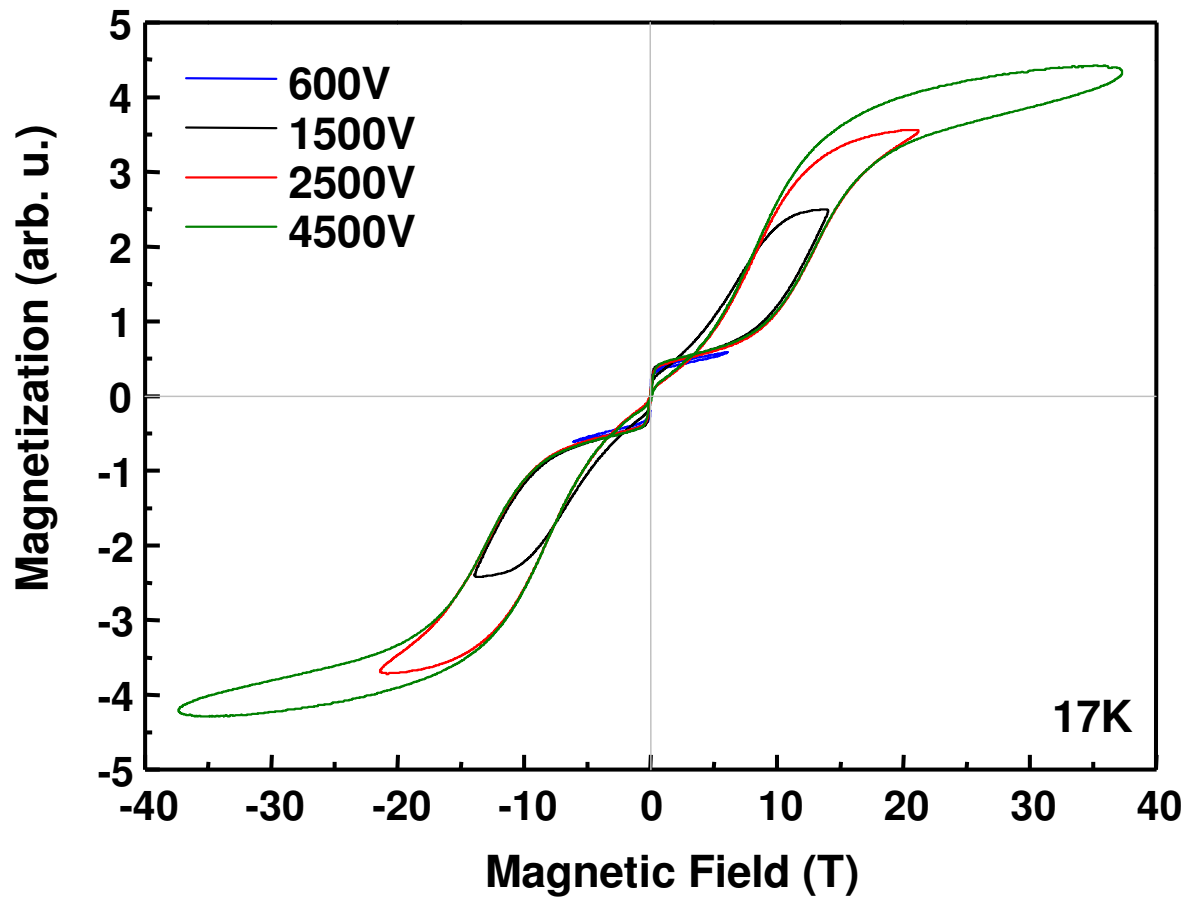
- $T_{\text{MI}} < 120$  K: Transition métal-isolant
- BT: effet magnéto-résistif

# Mesures d'aimantation en champ pulsé vs $H$ à $\neq T$



- BT: transition métamagnétique: AFM  $\rightarrow$  FM  
 $H_C$  augmente quand  $T$  décroît

# Mesures d'aimantation en champ pulsé vs $H$ à 17K



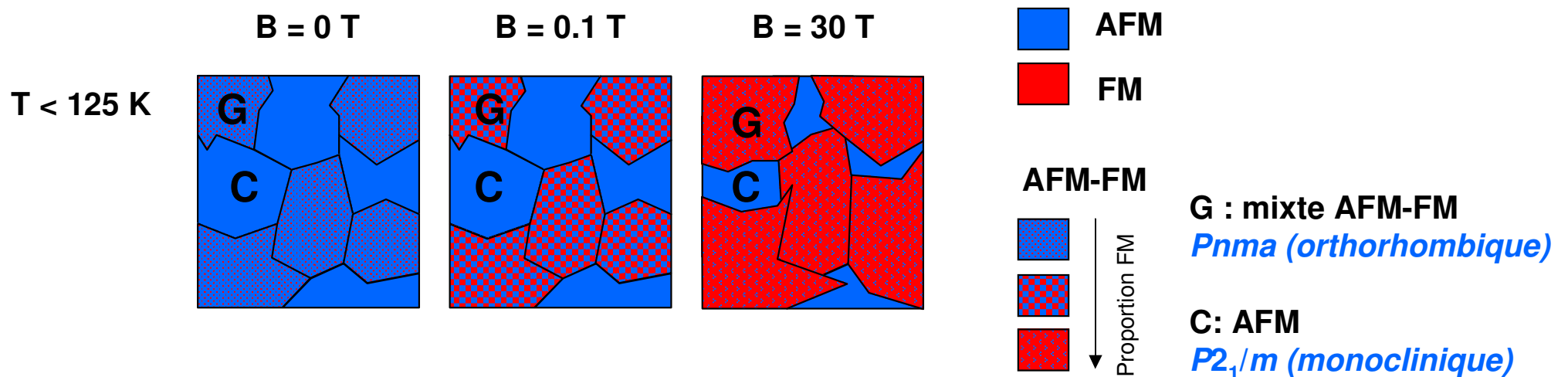
Mesures VSM

- 17 K , 35 T : M non saturé ➡ transformation partielle

coexistence entre {  
une phase majoritaire  $Pnma$  FM (85% à 30 T)  
une phase minoritaire  $P21/m$  AFM (15% à 30 T)

# Conclusion: $\text{Ca}_{0.8}(\text{Sm},\text{Nd})_{0.2}\text{MnO}_3$

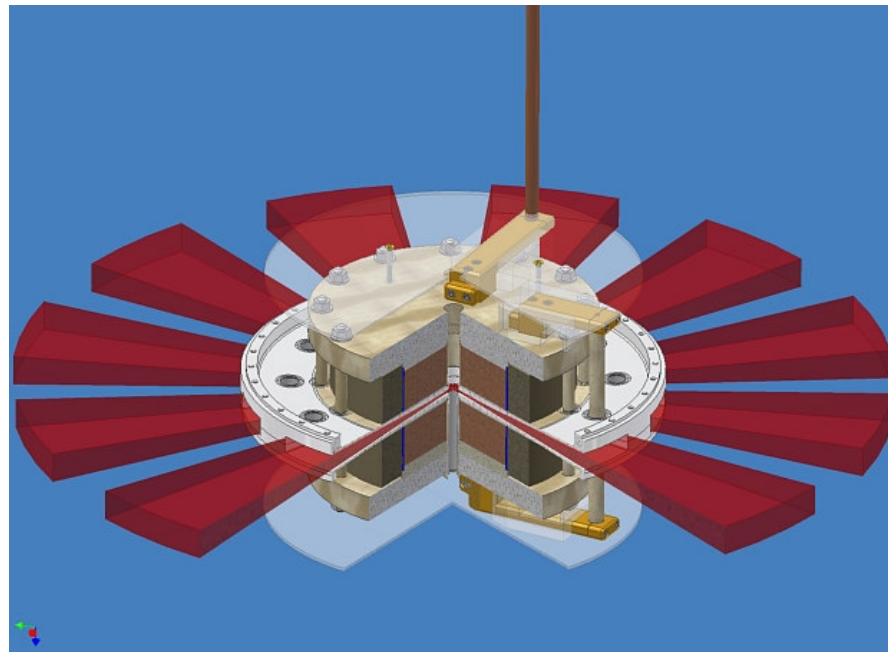
- Transition structurale pour  $T < 160 \text{ K}$
- Transition magnétique + transition métal-isolant pour  $T_{\text{MI}} \sim 112 \text{ K}$
- $T < 125 \text{ K}$  : coexistence et compétition de 2 états:
  - un état de type *C* AFM pur ( $P2_1/m$ )
  - un état de type *G* ( $Pnma$ ) AFM avec des petits domaines FM
- BT: Effet de  $B$ 
  - proportion des états *G* et *C*
  - proportion des phases AFM et FM dans l'état *G* } dépendent de  $B$
- transition induite par  $B$ : d'un état mixte G-C vers un état *G*



# Perspectives

- **Dispositif expérimental transportable** → **ESRF, SOLEIL**
- **Nouveau générateur transportable 1 MJ** ( $t_{\text{montée}} = 10 \text{ ms}$ , **B** jusqu'à 40 T, testé, disponible 2009)
- **Bobine "splittée"** avec  $B \perp$  faisceau, 30T (disponible **2009**)
- **Nouveaux cryostats**  $\text{LN}_2$  et He :  $1,4 \text{ K} < T < 300 \text{ K}$  (en cours de fabrication)

Bobine "splittée"  
Champ transverse  
(Voigt)



Large espace angulaire  
accessible

Diffraction monocristaux