

Diffraction des Rayons X Synchrotron sous Champ Magnétique Intense

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

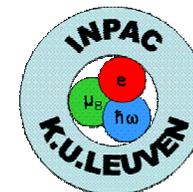
F. Duc, P. Frings, M. Nardone, J. Billette, A. Zitouni, K. Chesnel, and G.L.J.A. Rikken
Laboratoire National des Champs Magnétiques Pulsés, Toulouse, France

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

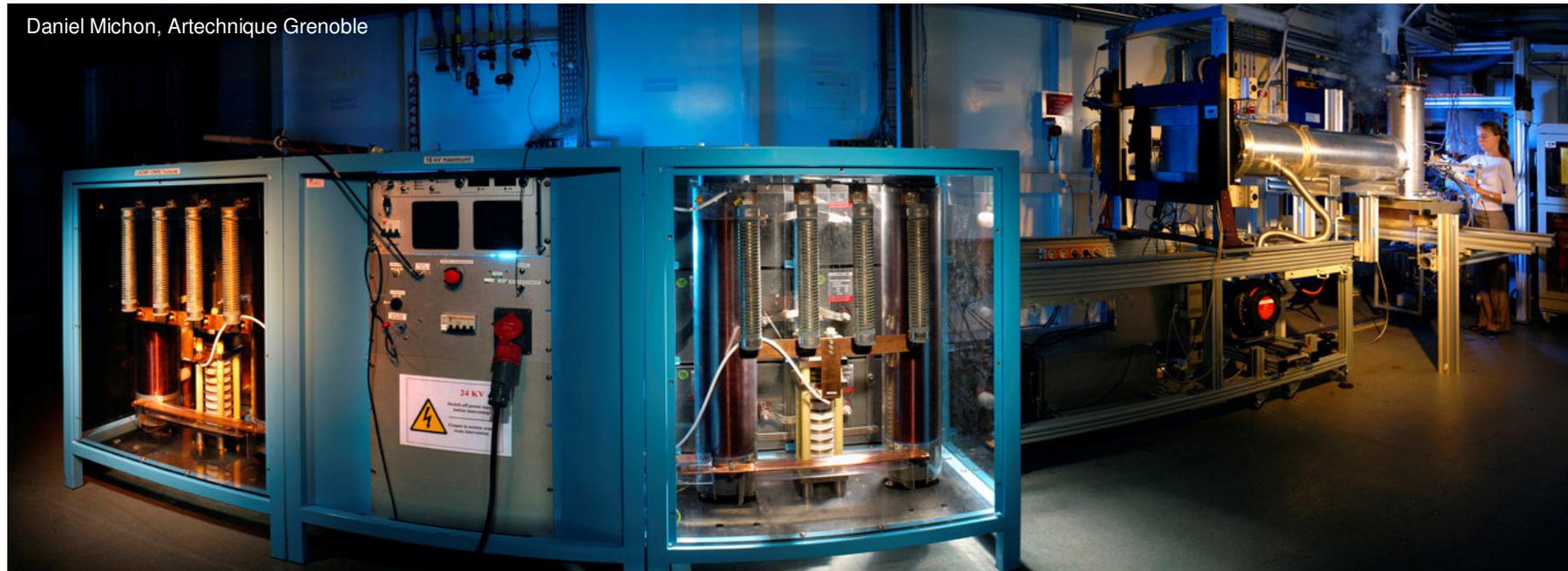
- Le dispositif expérimental
 - Combinaison champ magnétique intense/Diffraction Synchrotron
- Application au manganite dopé en électron $\text{Ca}_{0.8}\text{Sm}_{0.16}\text{Nd}_{0.04}\text{MnO}_3$
 - Caractérisation par diffraction sur poudre vs T et B
 - Mesures de transport et d'aimantation en champ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

Le générateur de champ magnétique pulsé



Un générateur de champ pulsé transportable

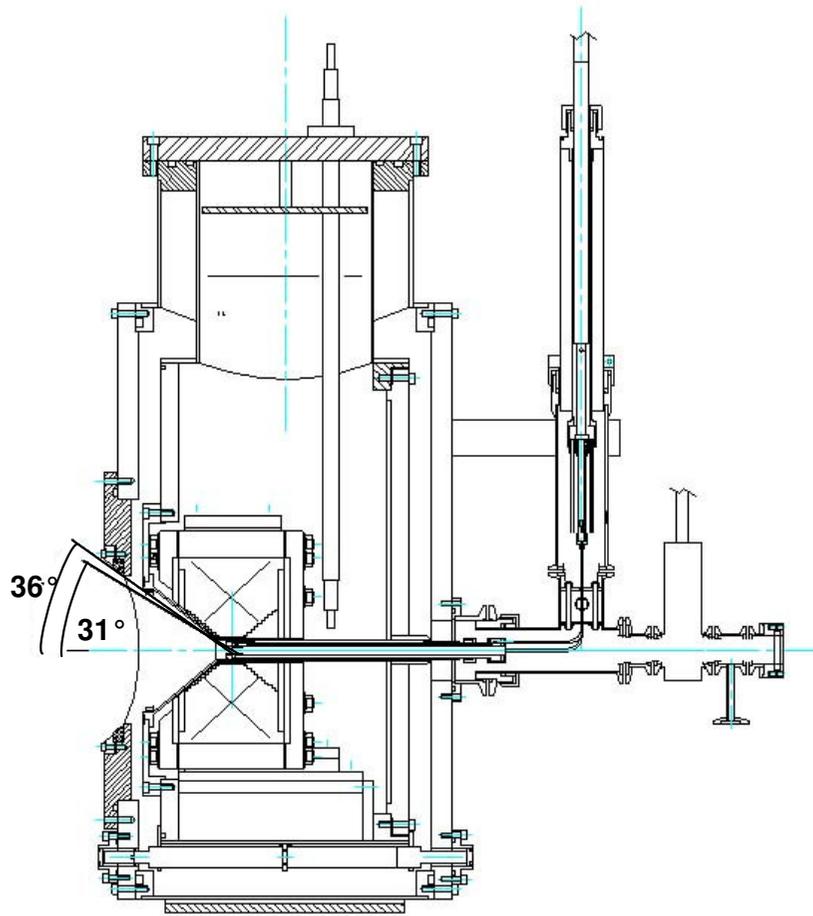
- 2 unités de stockage
1 unité de contrôle/chargeur
- $C = 1\text{mF}$, $V_{\text{max}} = 24\text{ kV}$, $E_{\text{max}} = 130\text{ kJ}$
- Poids total $\approx 2.8\text{t}$
- Dimensions: $1.25 \times 1.30 \times 2.85\text{ m}^3$



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 LN_2
- Angle d'ouverture de la bobine: 40°
- 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

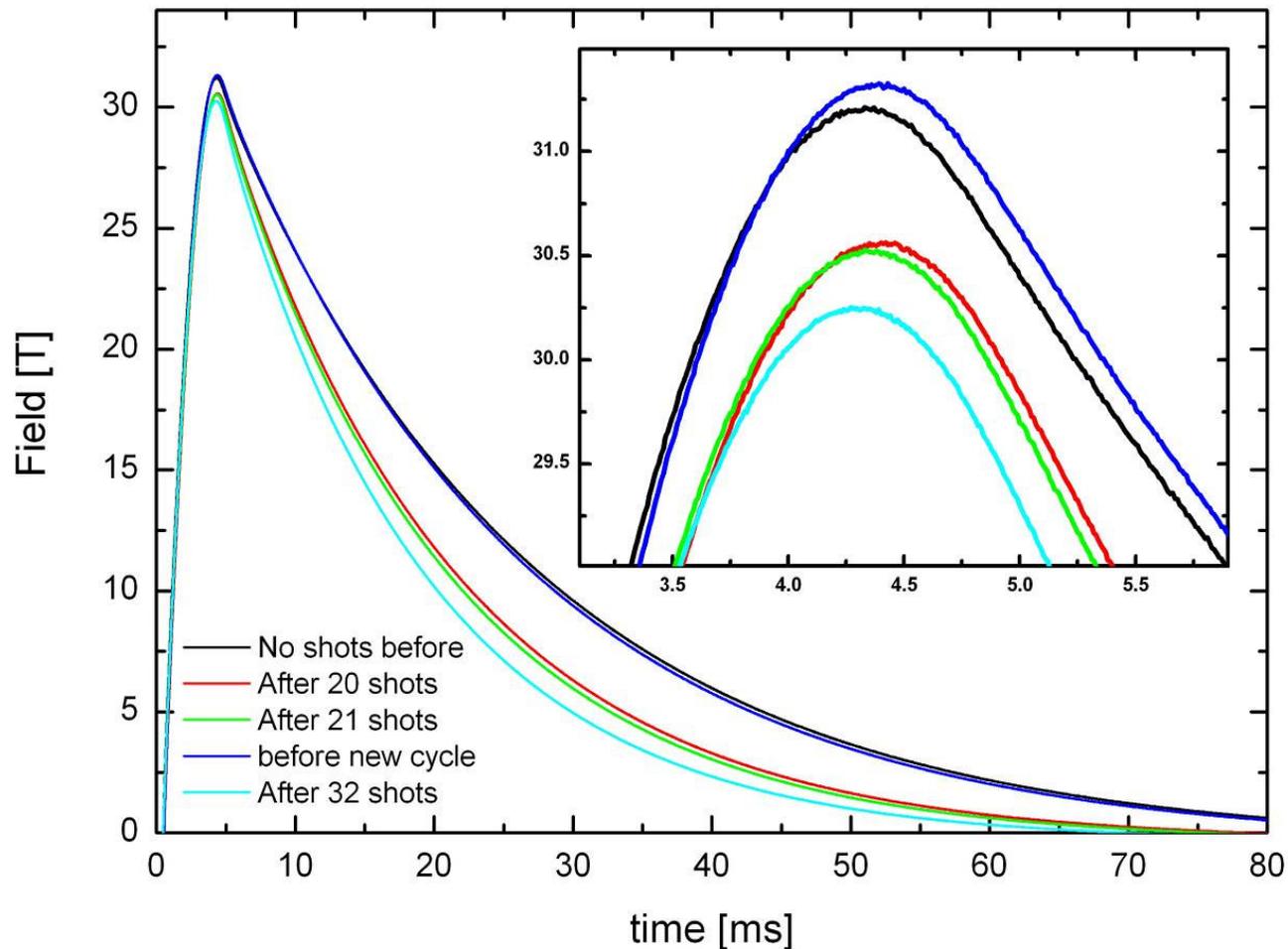


Cryostat LN₂



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

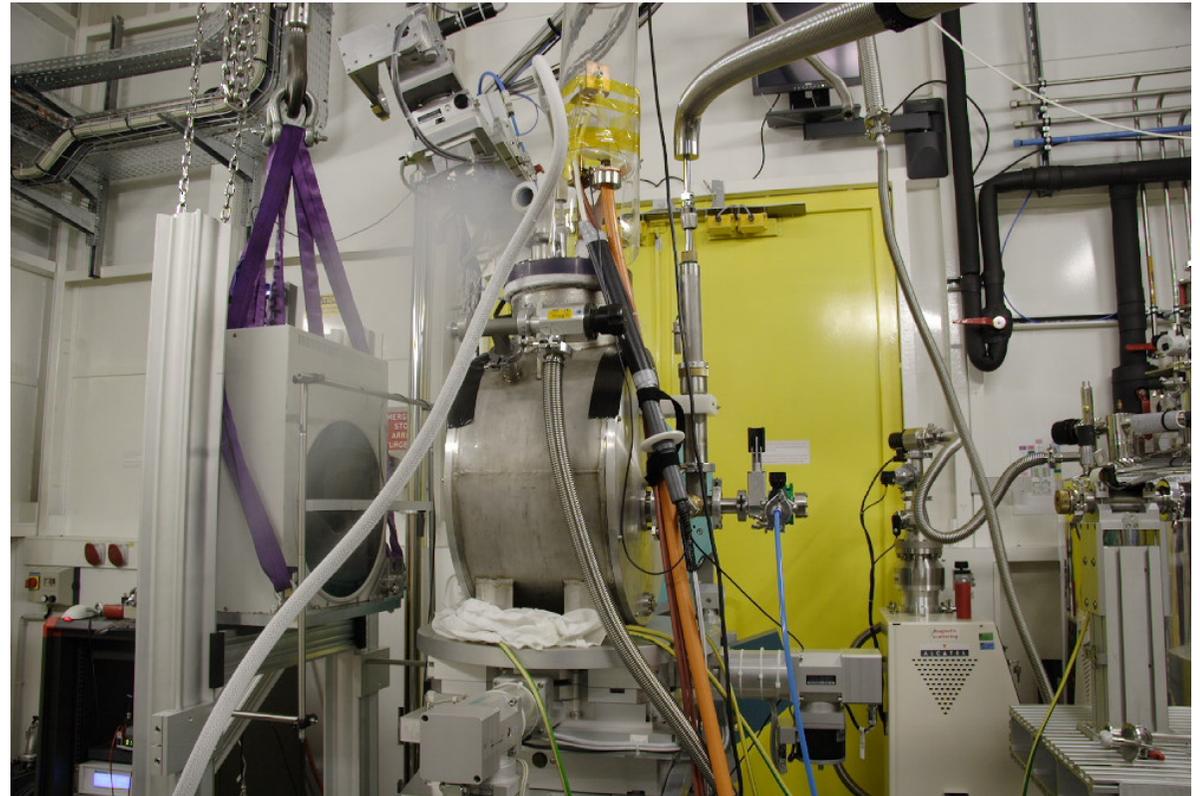
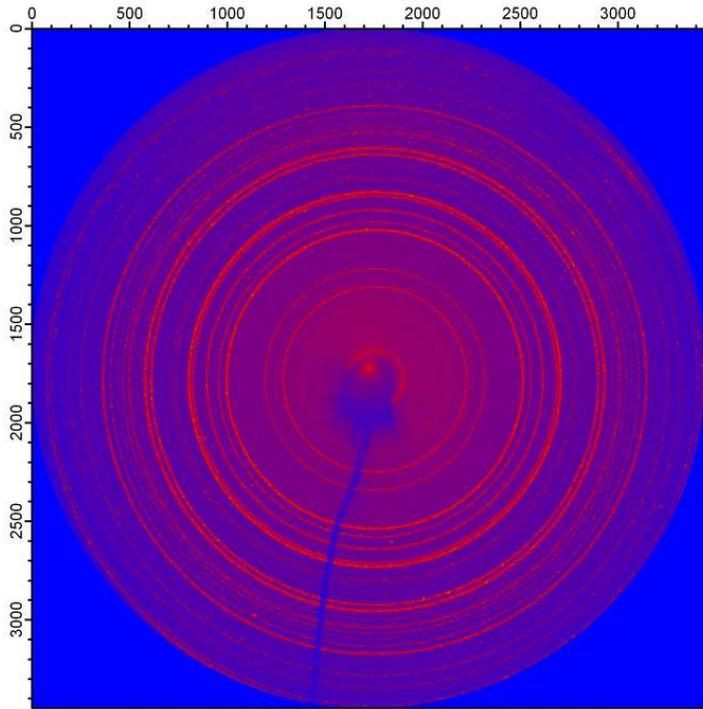
Caractéristiques du champ magnétique pulsé



- 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

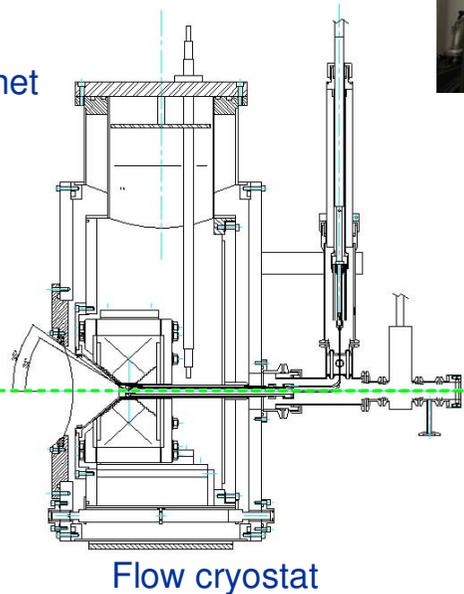


LN₂ cooled 30T magnet

Image plate detector
On-line readout



Beam stop



Flow cryostat

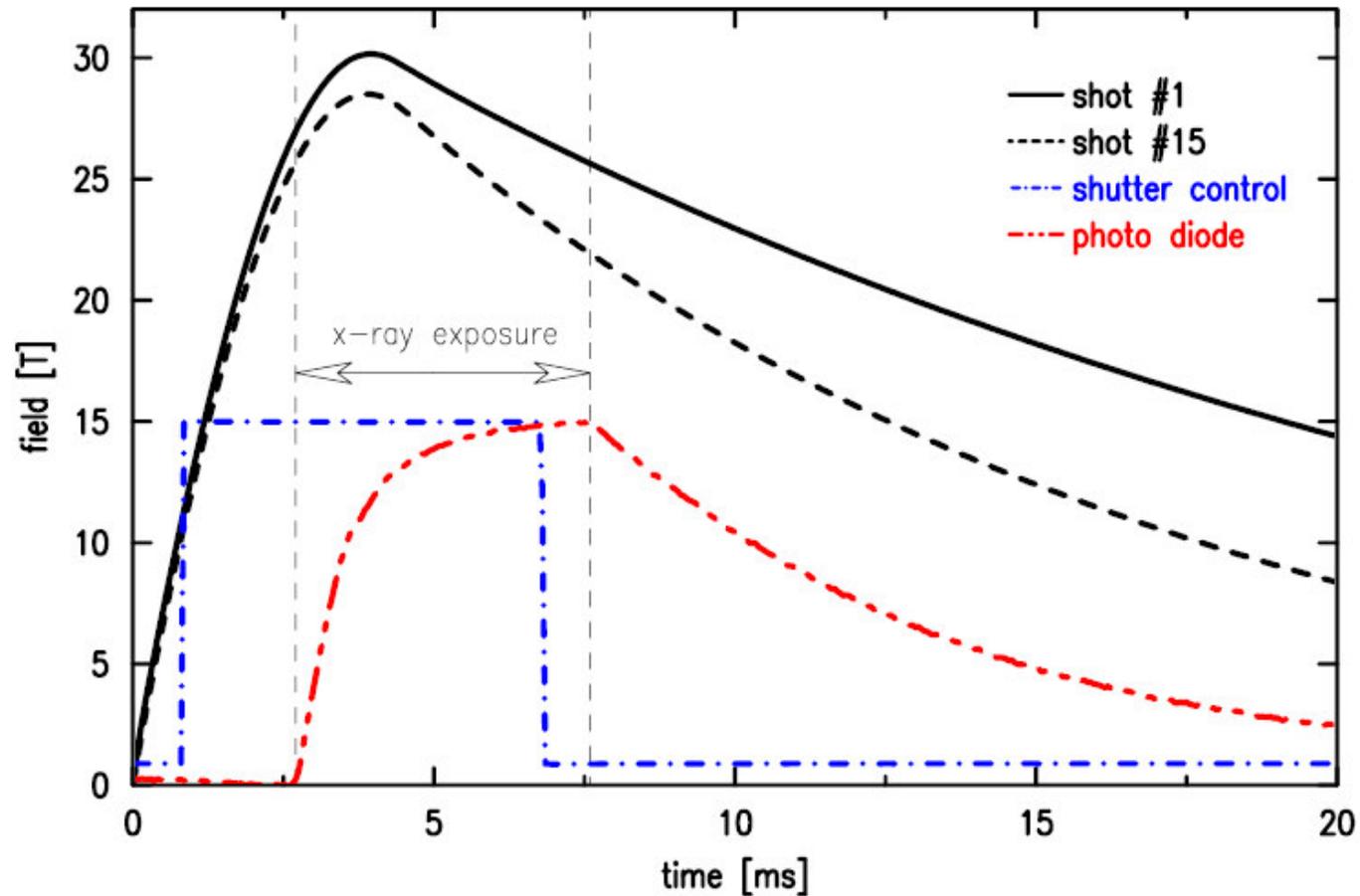
APD

Shutter

APD
Avalanche Photodiode

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^{er} 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 $x = 0.85$
 $\text{Ca}_{0.85}\text{Sm}_{0.15}\text{MnO}_3$

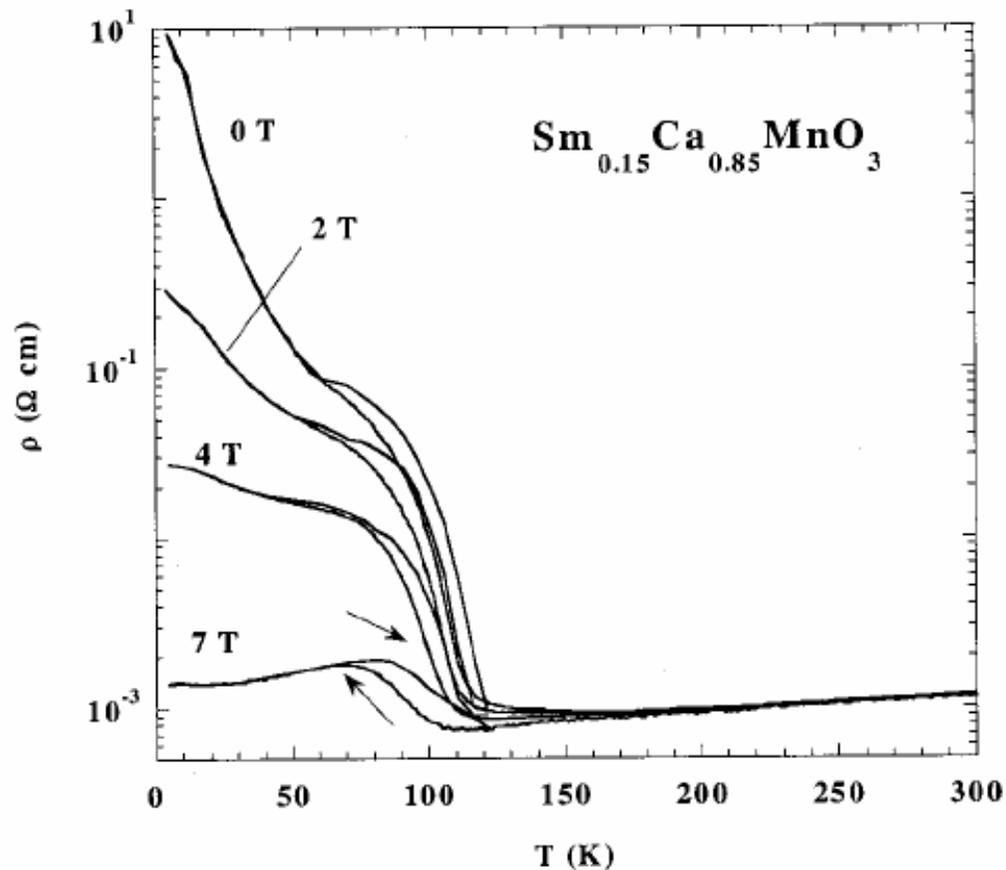
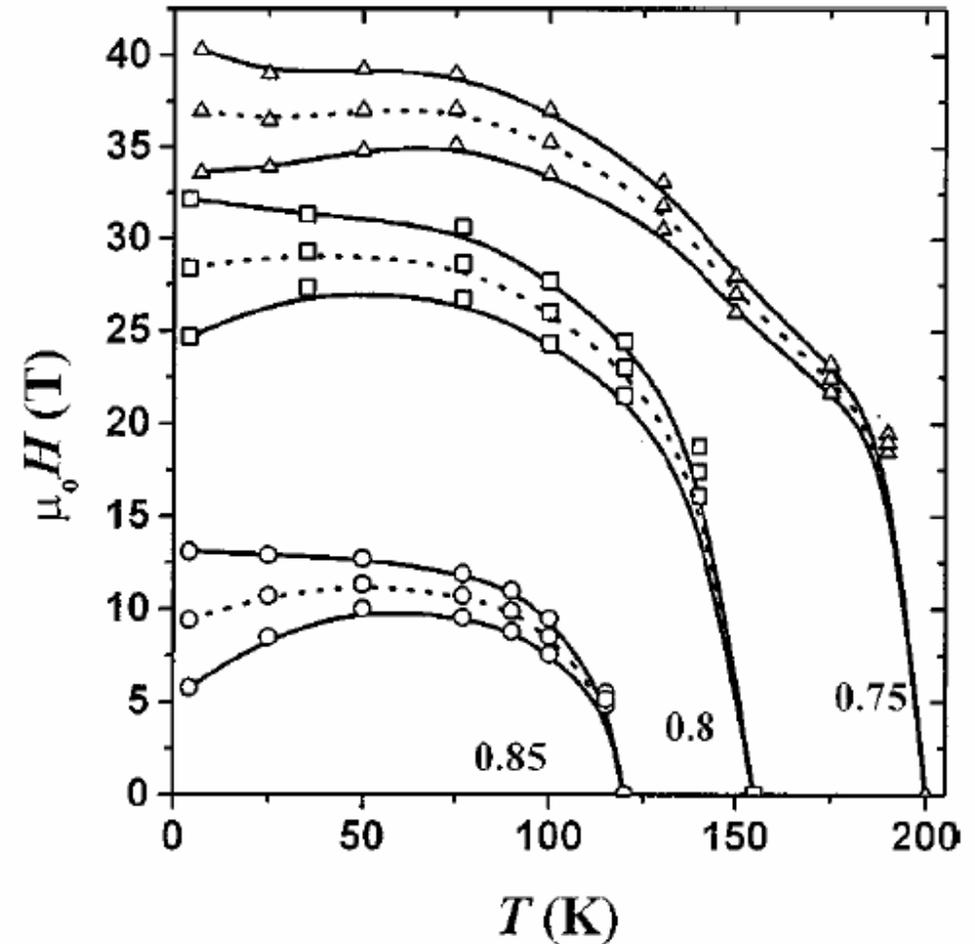
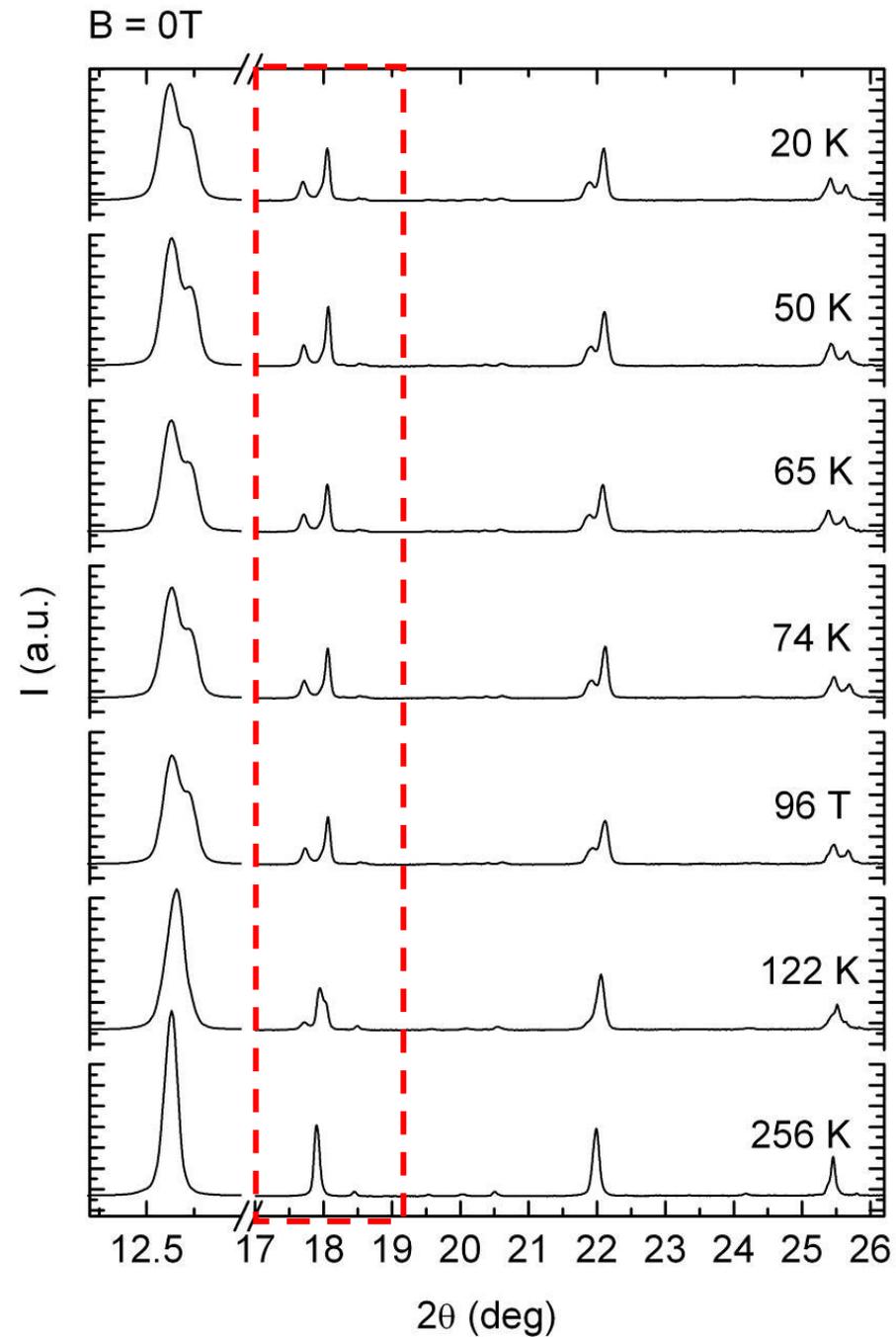
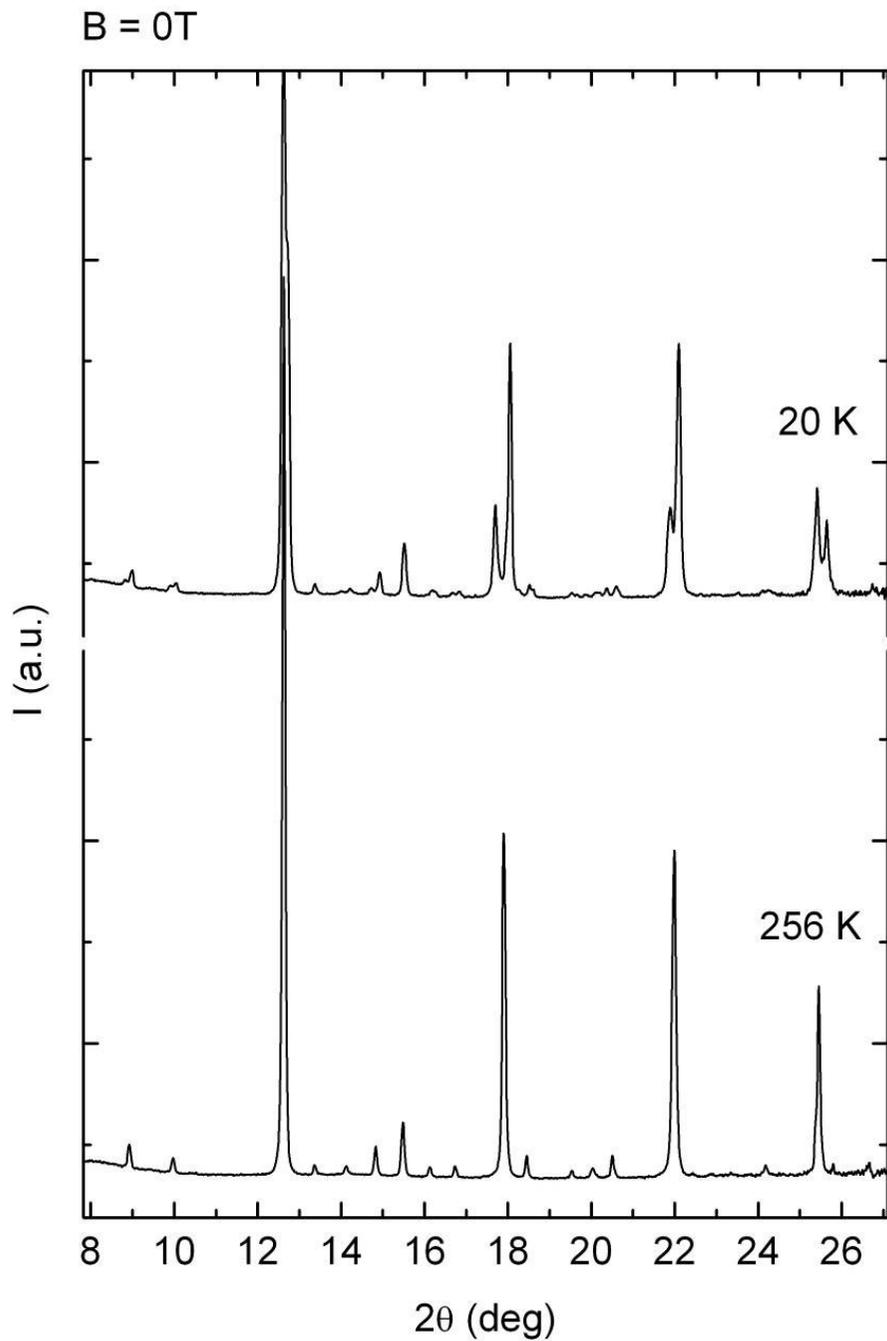


Diagramme de phase H - T

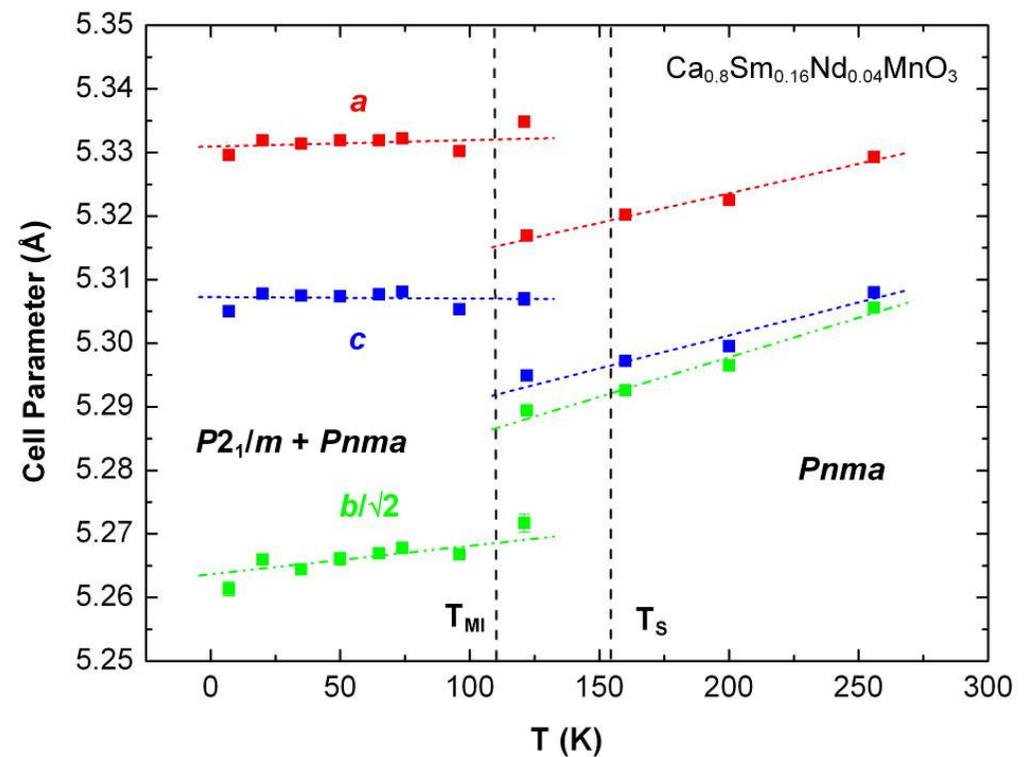
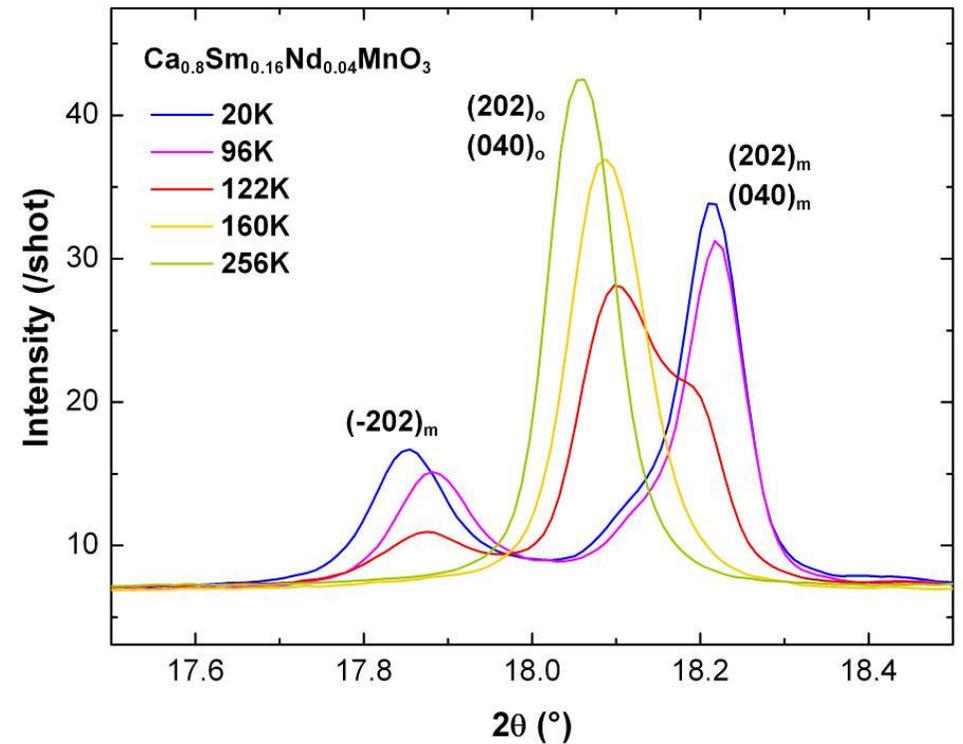


$\text{Ca}_{0.8}\text{Sm}_{0.16}\text{Nd}_{0.04}\text{MnO}_3$: Diffraction sur poudre vs T

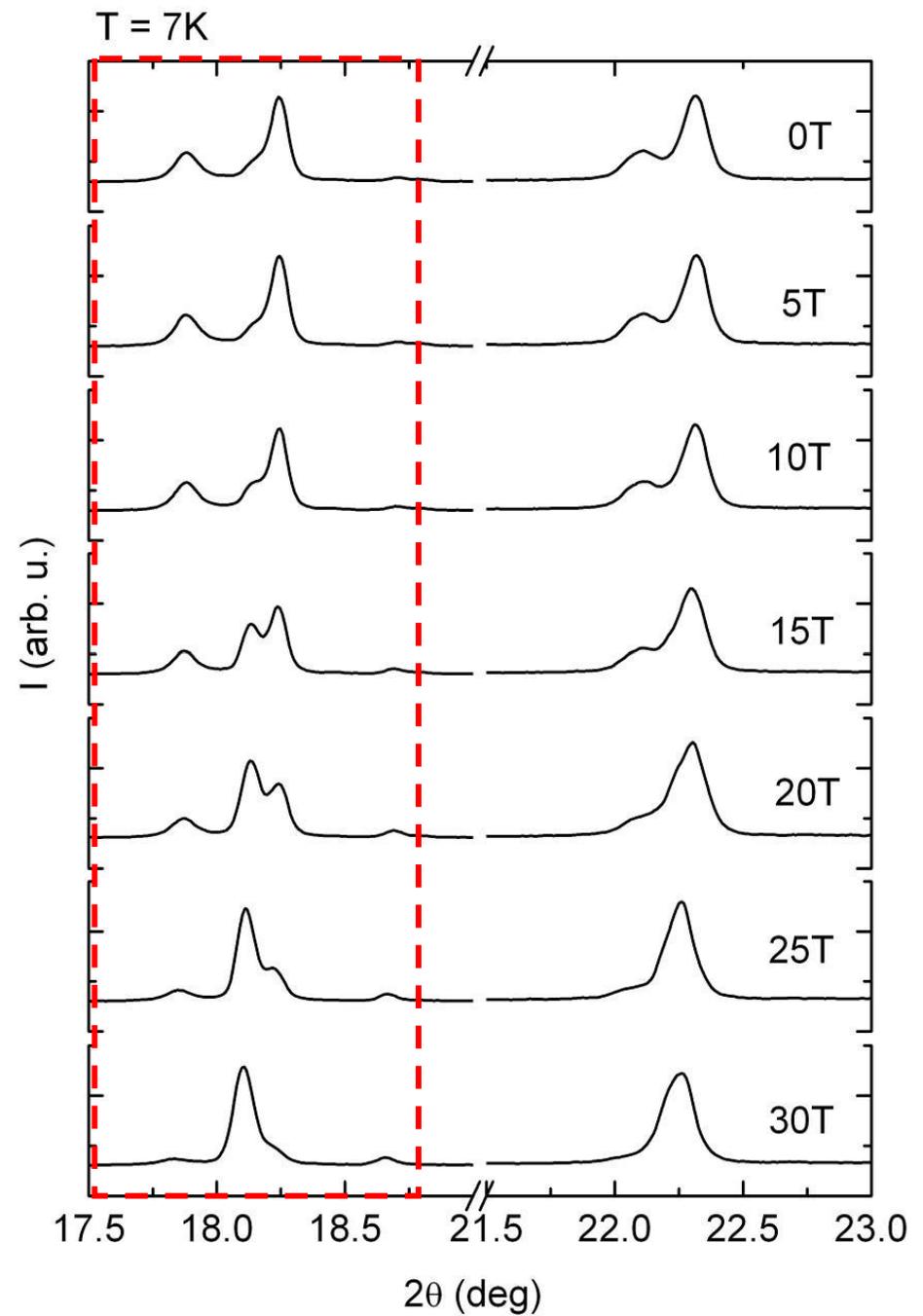
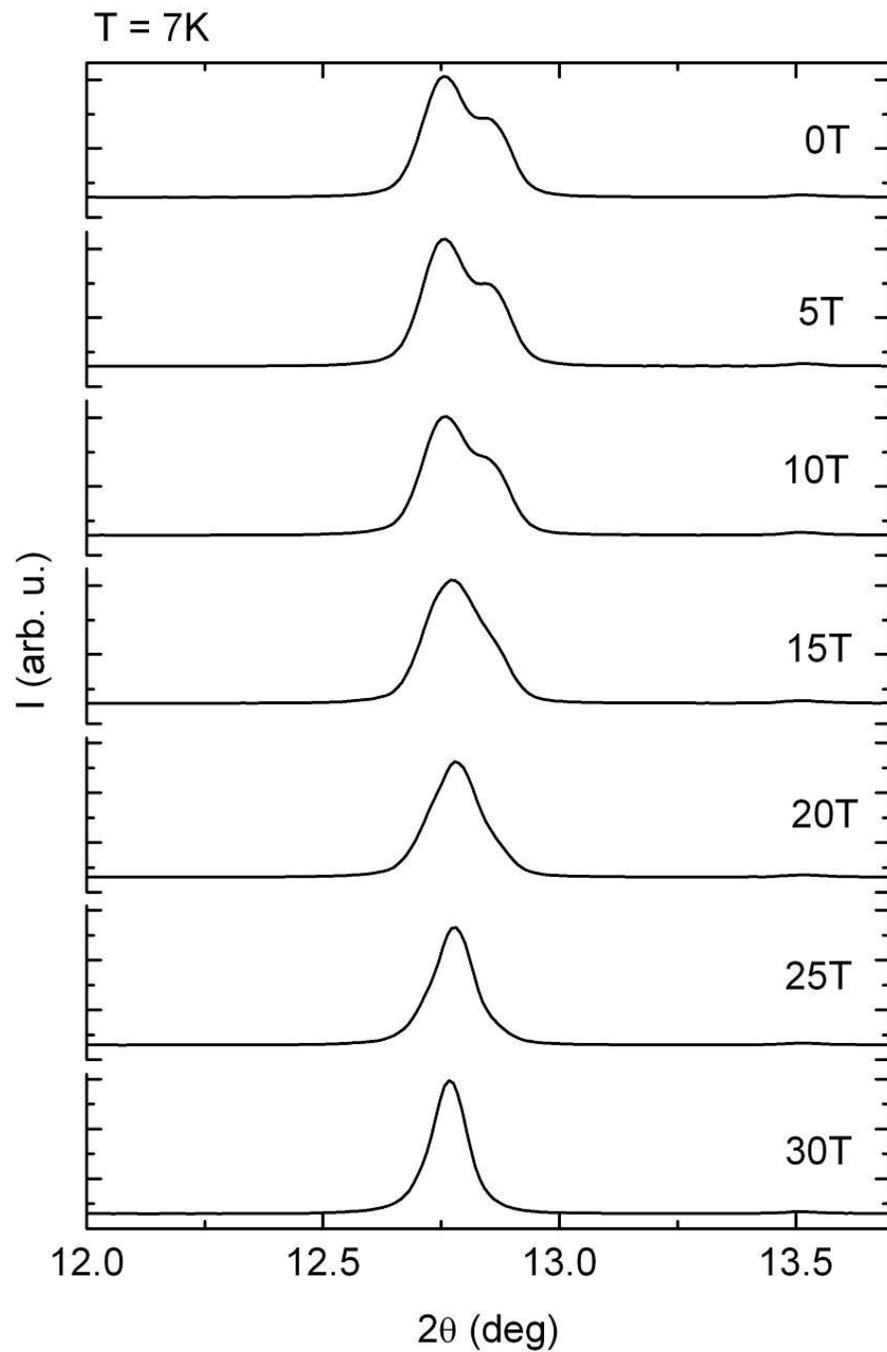


$\text{Ca}_{0.8}(\text{Sm},\text{Nd})_{0.2}\text{MnO}_3$ Diffraction sur poudre vs T

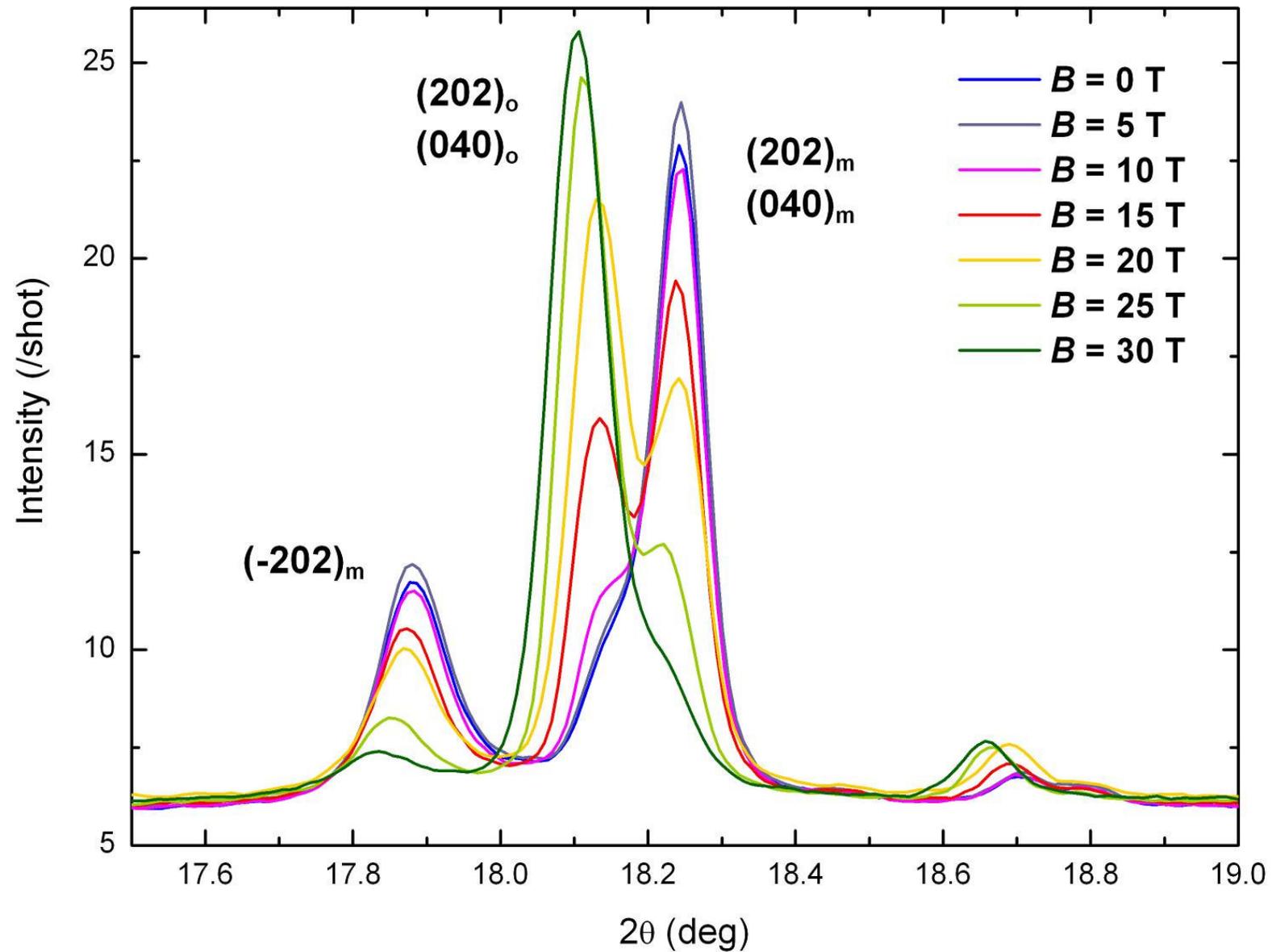
- $T \geq 160$ K:
 - Structure orthorhombique $Pnma$
- $122 \leq T < T_S$
 - Domaine biphasé: $Pnma + P2_1/m$
 - $T = 122$ K:
 - $P2_1/m \rightarrow 33 \pm 1 \%$
- $T < 122$ K: domaine biphasé
 - Phase majoritaire: monoclinique $P2_1/m \rightarrow 84-85 \pm 1 \%$
 - Phase minoritaire: orthorhombique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



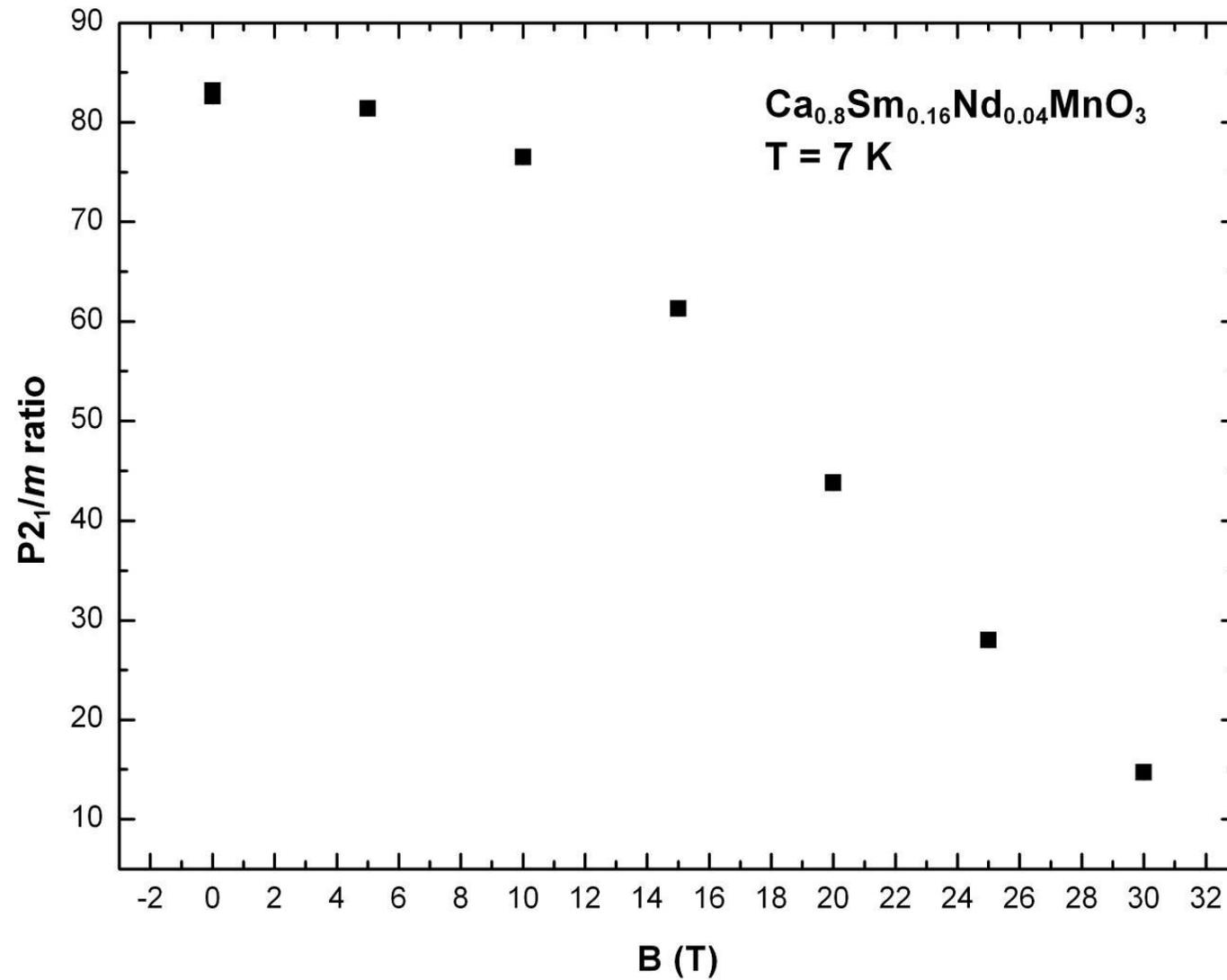
Transition structurale induite par le champ



Transition structurale induite par le champ



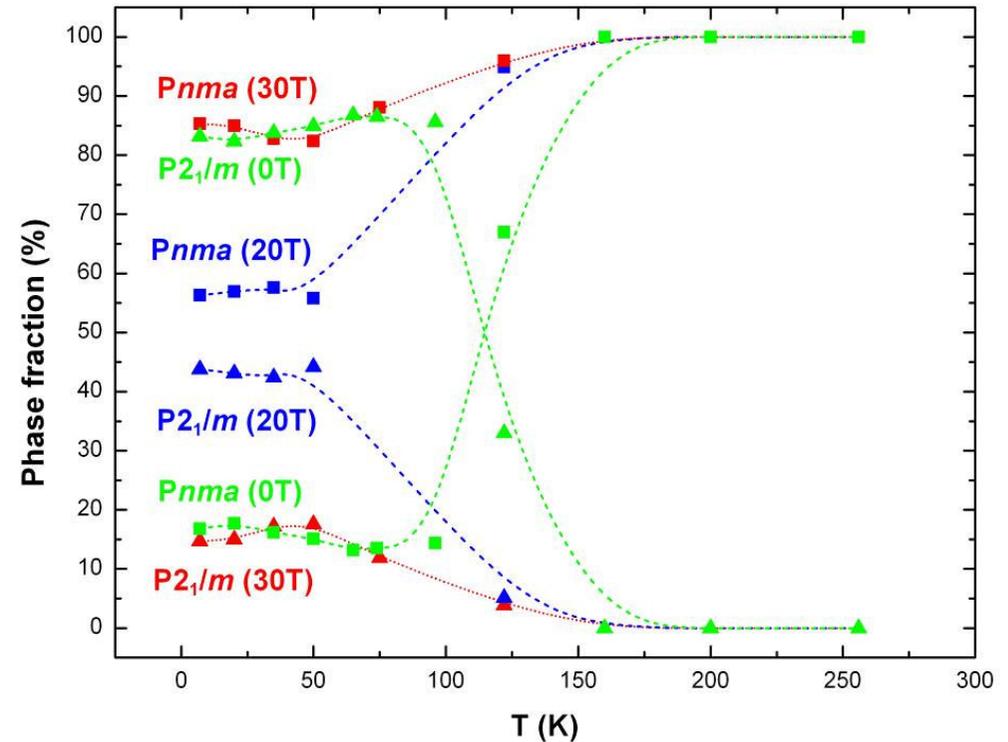
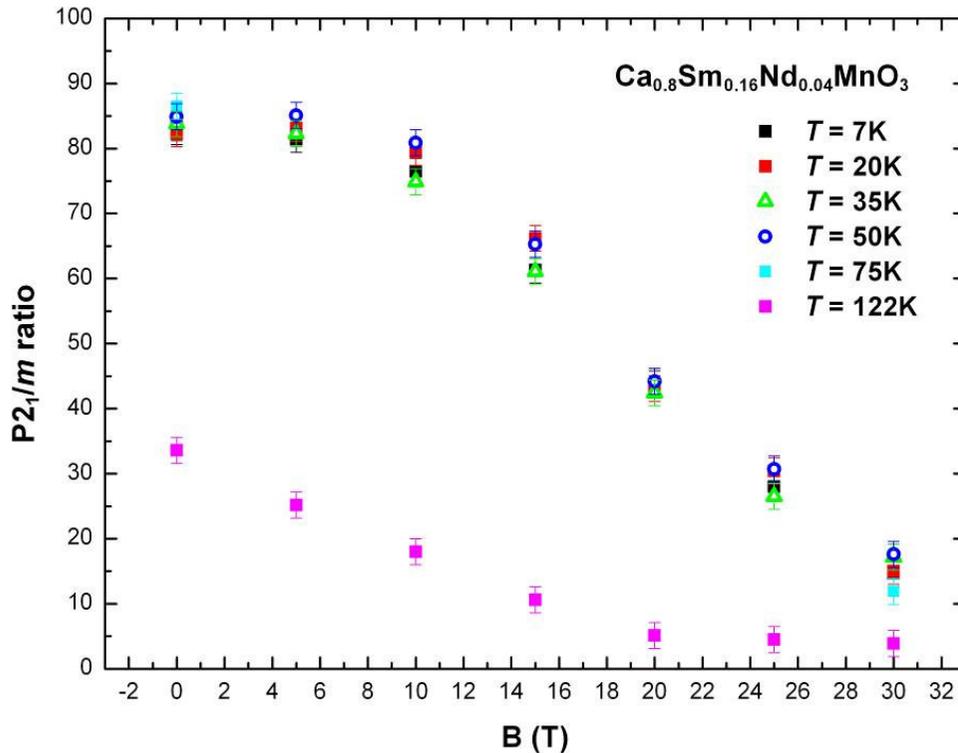
Transition structurale induite par le champ



Effet de B

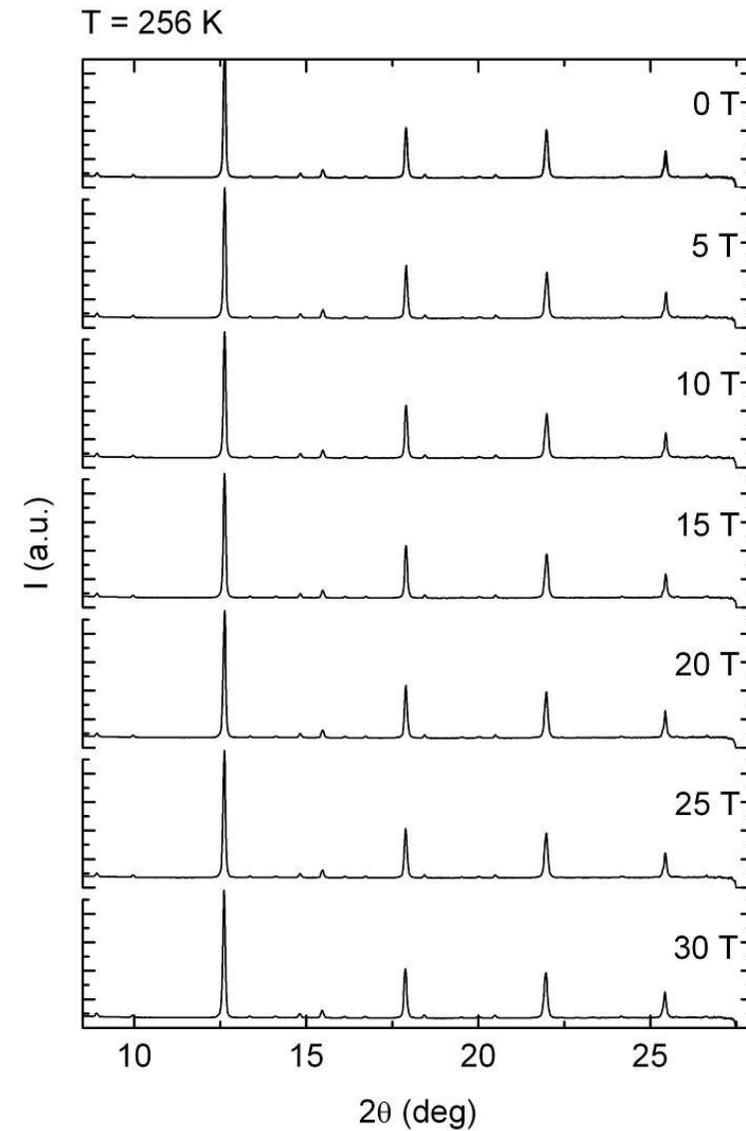
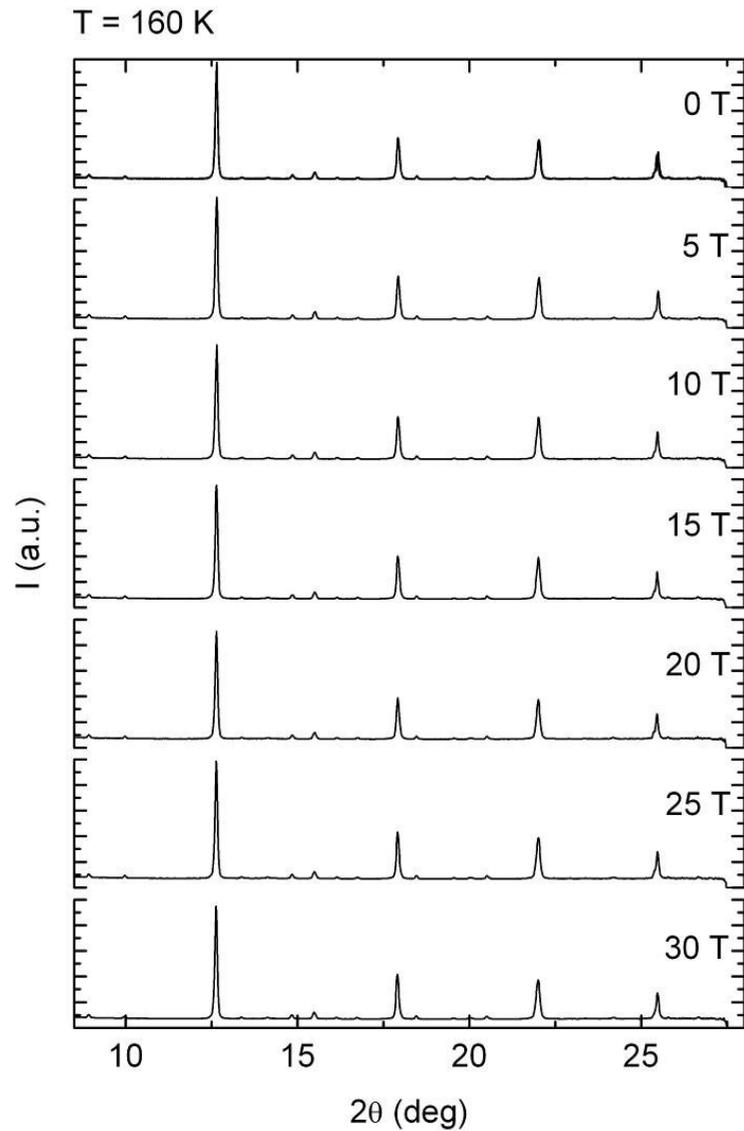
phase **monoclinique** majoritaire  phase **orthorhombique** majoritaire

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

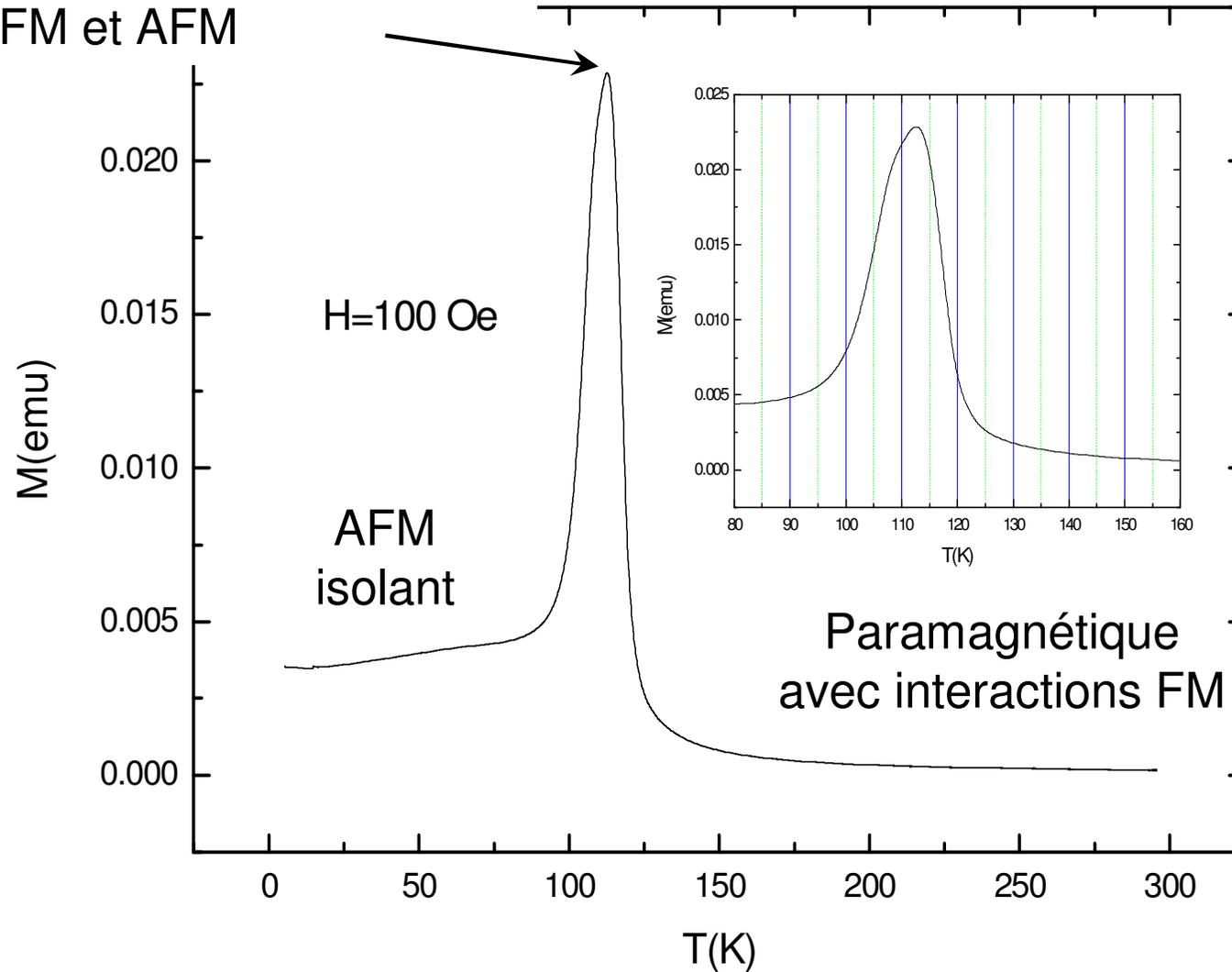


- $T \geq 160$ K \rightarrow structure orthorhombique $Pnma$

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

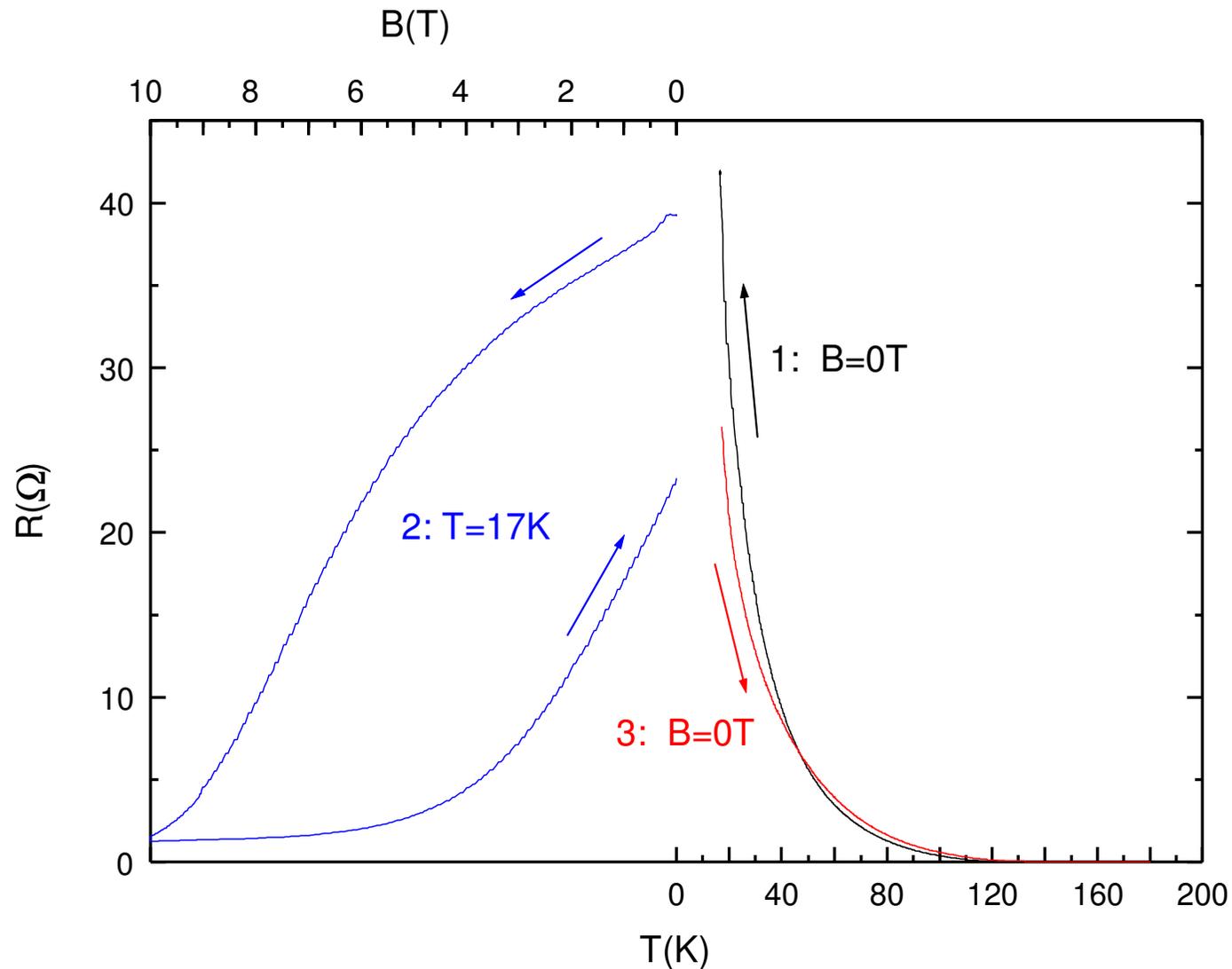
Compétition forte entre interactions

FM et AFM



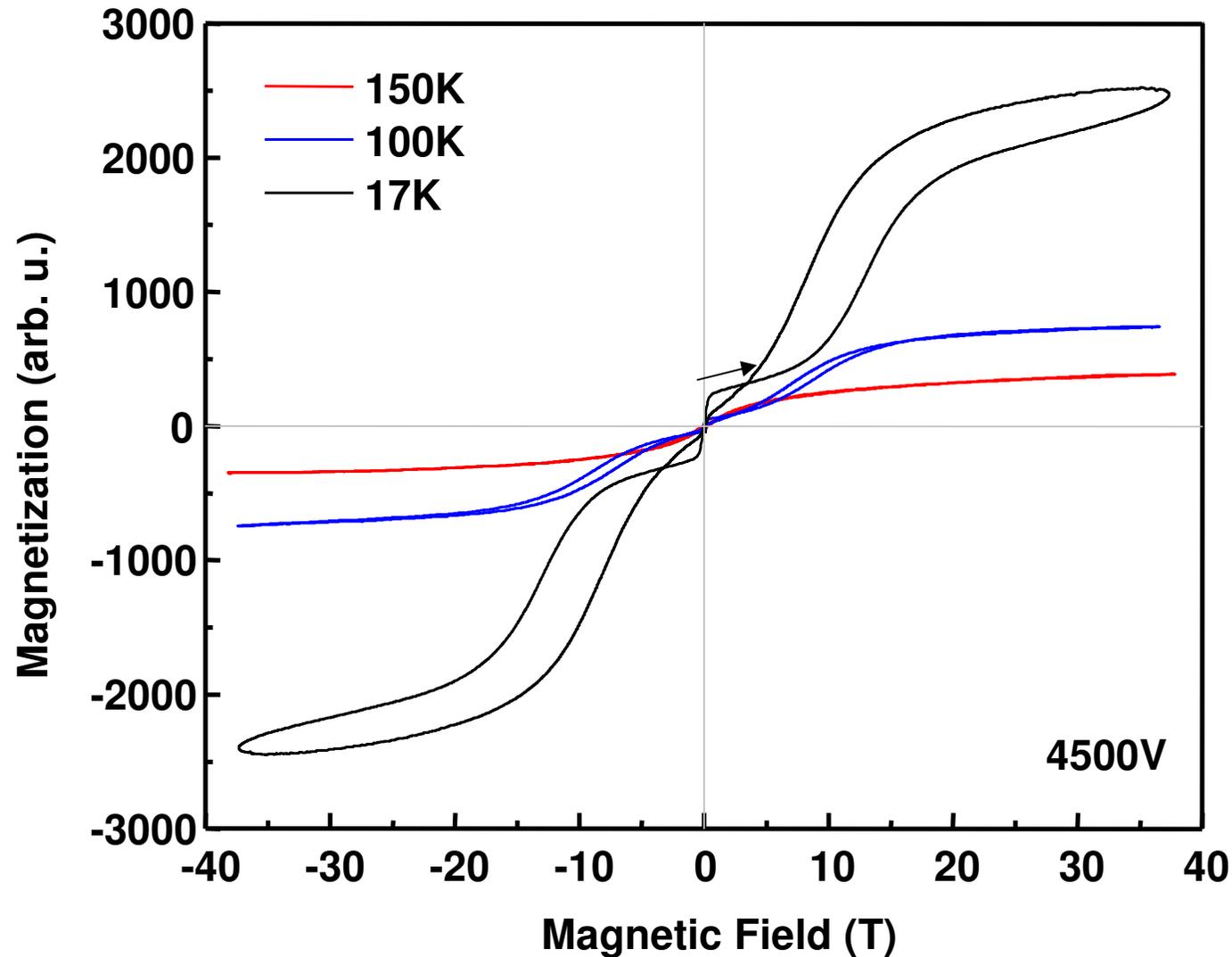
- $T_N \sim 112$ K: Transition magnétique

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



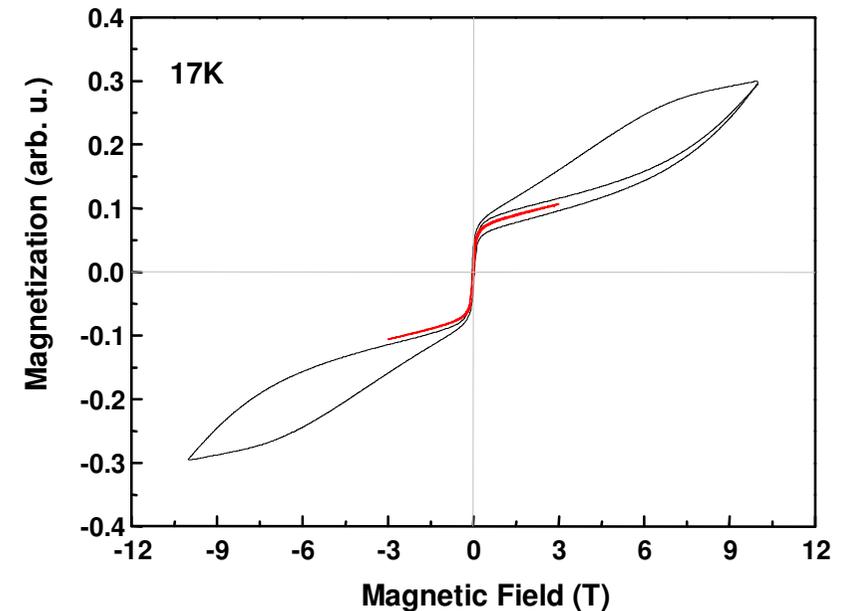
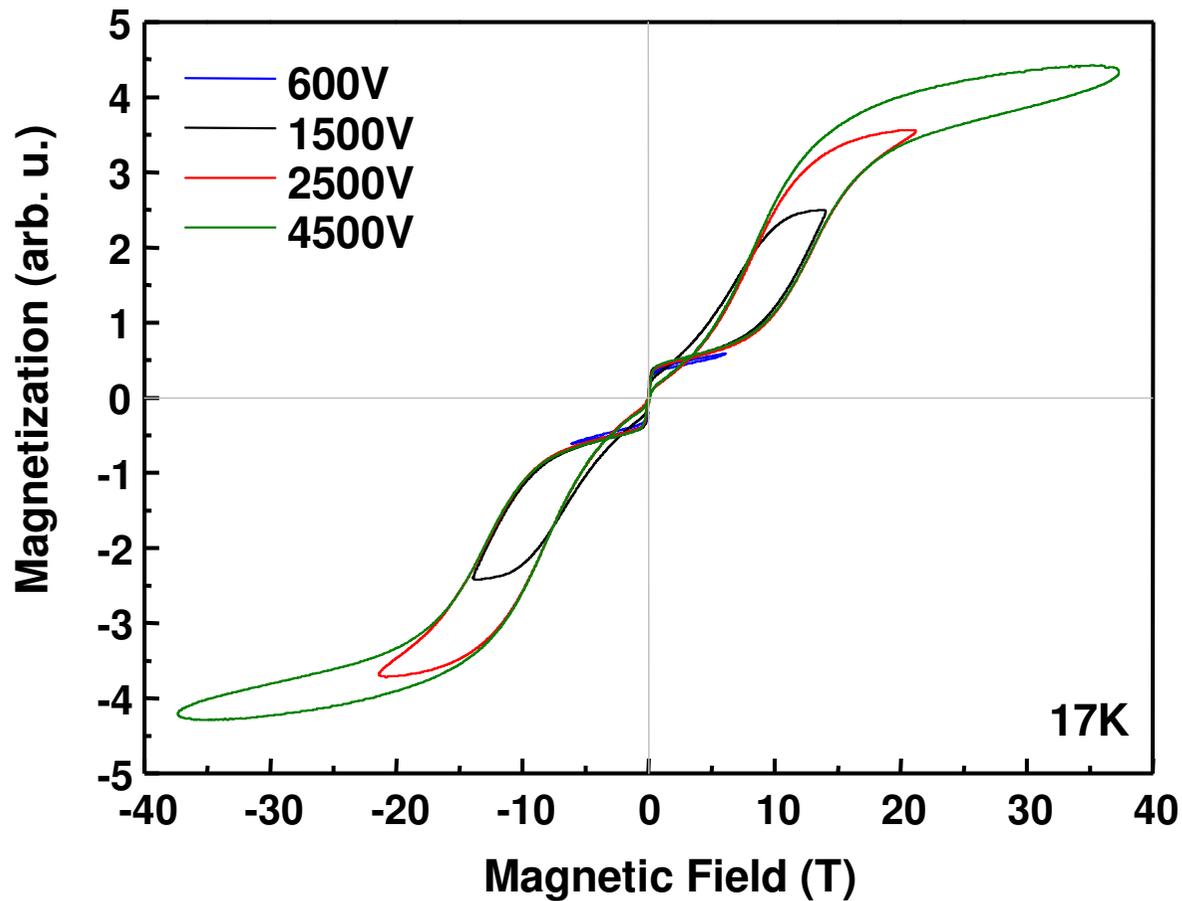
- $T_{\text{MI}} < 120 \text{ K}$: Transition métal-isolant
- BT: effet magnéto-résistif

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



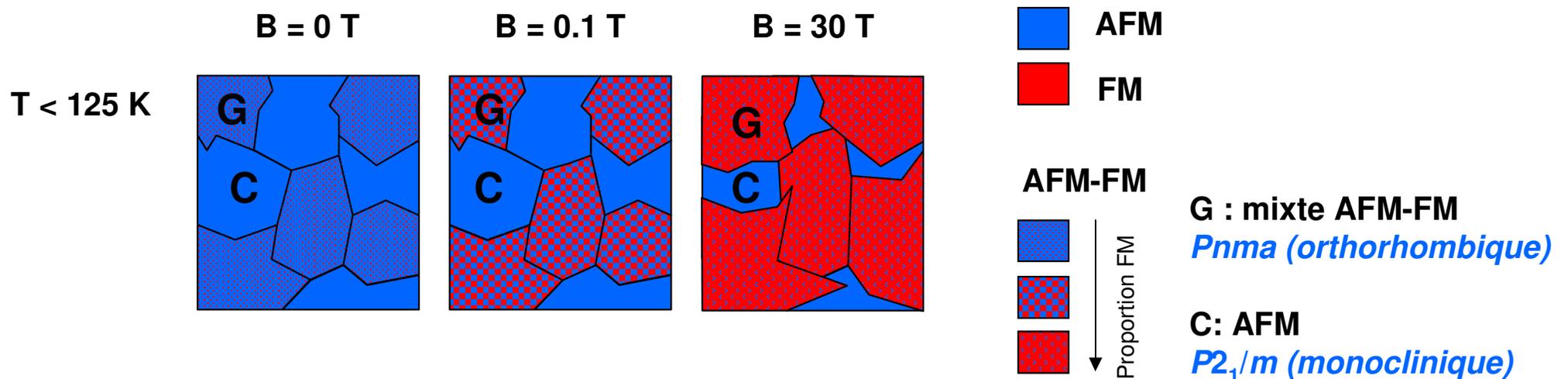
Mesures VSM

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

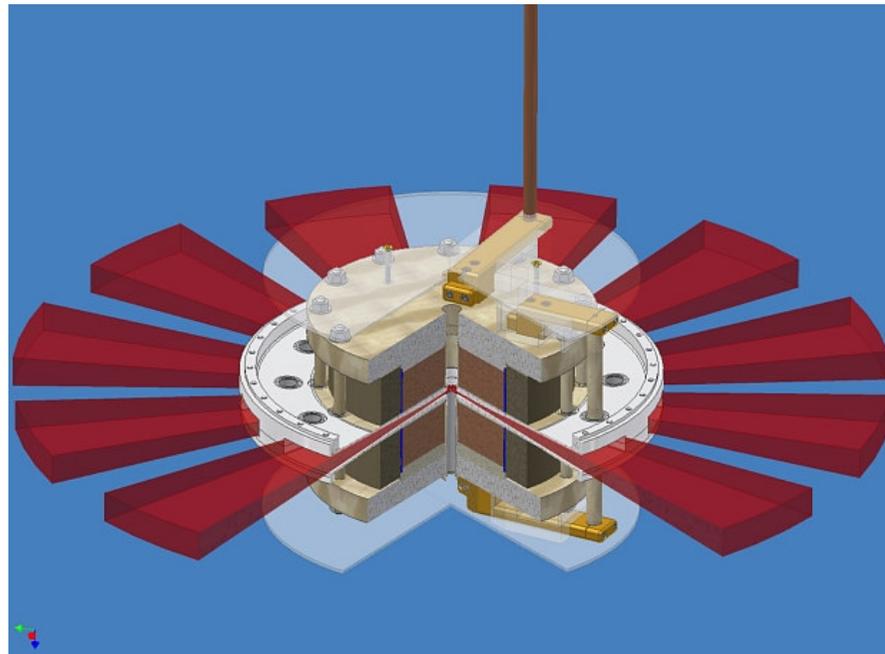
- Transition structurale pour $T < 160$ K
- Transition magnétique + transition métal-isolant pour $T_{\text{MI}} \sim 112$ K
- $T < 125$ K : coexistence et compétition de 2 états:
 - un état de type *C* AFM pur ($P2_1/m$)
 - un état de type *G* ($Pnma$) AFM avec des petits domaines FM
- BT: Effet de 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** 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