

L'analyse quantitative de texture (QTA) [1] a été développée récemment sur le multidétecteur CAPS de D19 de l'ILL [Léon et al, 2009] et par analyse combinée [2]. Les temps de mesures pour l'analyse QTA sont typiquement de quelques heures par échantillon grâce à l'amélioration de l'intensité des faisceaux sur D1B [3] et D20 [4]. Aujourd'hui, grâce au nouveau détecteur bidimensionnel de D19, formant un angle d'ouverture de 30° en χ , le temps de mesure est encore réduit d'un facteur 5. Ceci rend possible l'analyse quantitative de texture magnétique, qui exige des temps d'acquisition longs afin de mettre en évidence la réorientation des moments magnétiques sous champ. On doit tenir compte du caractère vectoriel de la diffusion de neutron par les moments magnétiques [5], et si ces derniers sont liés aux directions cristallographiques, l'évaluation est plus directe [6]

➤ Méthode expérimentale :

L'utilisation du signal de diffraction neutronique magnétique pour mesurer les figures de pôles magnétiques [5] n'est pas nouvelle. Cependant, aucune ODF magnétique n'a été calculée à ce jour. Nous avons entrepris de développer cette méthodologie, en utilisant les nouvelles possibilités offertes par D19.



Figure 1: Diffractomètre 4-Cercles + D19

La méthodologie implique de pouvoir séparer le signal magnétique du signal nucléaire. Pour ce nous avons construit un porte échantillon spécial (Figure 2), qui permet l'application d'un champ magnétique fixe par rapport à l'échantillon lorsque celui-ci tourne dans le cercle d'Euler (Figure 1).

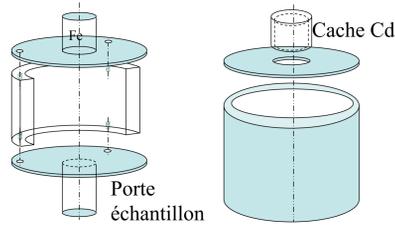


Figure 2: Porte échantillon, permettant d'appliquer un champ magnétique fixe par rapport à l'échantillon pendant les rotations en χ et φ .

L'analyse quantitative de texture magnétique nécessite donc de mesurer les spectres de diffraction de l'échantillon pour différentes orientations de l'échantillon sans et avec champ magnétique (Figure 3), ce qui double le temps de mesure. Pour cela, de longs temps d'acquisition sont nécessaires à l'obtention du signal magnétique, qui peut rester faible en faisceau non polarisé sur échantillon polycristallin, et ceci rend l'utilisation du détecteur D19 incontournable.

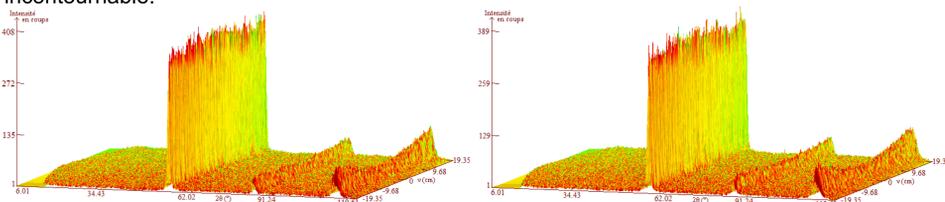


Figure 3: Diagrammes de Debye-Scherrer mesurés pour un X_{plate} donné: sans (gauche) et avec un champ de 0,3T (droite)

Le signal magnétique observé reste faible. Toutefois, la différence (Figure 4) reste significative, supérieure à la statistique de comptage. L'orientation des moments magnétiques sous champ appliqué n'est pas optimale, le champ magnétique appliqué est probablement insuffisant (Figure 5) et également le temps de comptage doit être augmenté.

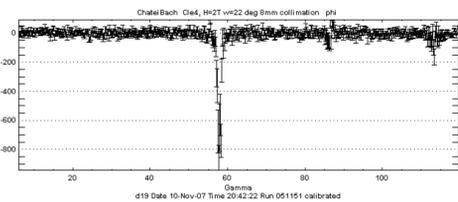


Figure 4: Somme des différences d'intensités sur la bande de 5° à la valeur $\chi=90^\circ$

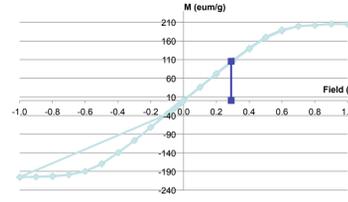


Figure 5: Cycle d'hystérésis à température ambiante de l'échantillon de fer doux

➤ Principe :

Pour illustrer cette application nous avons choisi un alliage de fer, possédant un faible champ coercitif (Figure 5). Cet échantillon a été aimanté sous 0,3T grâce au porte échantillon, nous opérons la mesure par différence:

- Un premier jeu de diagrammes de diffraction (1368 diagrammes) est mesuré sans champ magnétique appliqué (échantillon macroscopiquement isotrope),
- puis un deuxième jeu avec application du champ,
- La différence entre les deux mesures permet de construire les figures de pôles de polarisation magnétique correspondant à la réorientation des moments sous champ.
- Par ajout du signal magnétique sans champ appliqué, les figures de pôles totales magnétiques sont alors obtenues.

➤ Analyse :

➤ Figures de pôles nucléaires

Les figures de pôles (Figure 6) sont composées d'une partie nucléaire (n) et d'une partie magnétique (m):

$$I_h(\vec{y}, 0) = I_h^n(\vec{y}, 0) + I_h^m(\vec{y}, 0) \quad (1)$$

avec: $\vec{h} = \{hkl\}$ et $\vec{y} = (\vartheta, \varphi)$

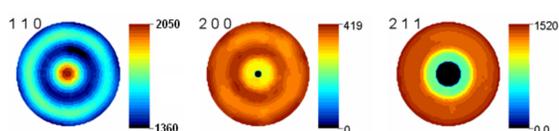


Figure 6: Représentation des figures de pôles sur un alliage de fer pour les plans {110}, {200} et {211}

➤ Calcul de la contribution Magnétique sans champ : Fullprof

Echantillon isotrope: $I_h^n(\vec{y}, 0) / I_h^n(\vec{y}, 0)$ est constant

$$\text{On a: } I_h(\vec{y}, 0) = I_h^n(\vec{y}, 0) + I_h^m(\vec{y}, 0)$$

$$\text{On en déduit: } I_h^m(\vec{y}, 0) / I_h^n(\vec{y}, 0) = I_h(\vec{y}, 0) / I_h^n(\vec{y}, 0) - 1 = C^{lc} \Rightarrow I_h^m(\vec{y}, 0) = I_h^n(\vec{y}, 0) / C^{lc}$$

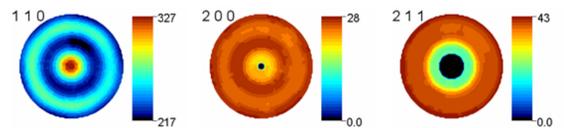


Figure 7: Contribution magnétique à B=0 dans les figures de pôles {110}, {200} et {211}

➤ Application du champ magnétique B:

$$I_h(\vec{y}, \vec{B}) = I_h^n(\vec{y}, \vec{B}) + I_h^m(\vec{y}, \vec{B})$$

L'échantillon étant solide les cristallites ne sont pas libres de tourner sous un champ magnétique (Figure 8):

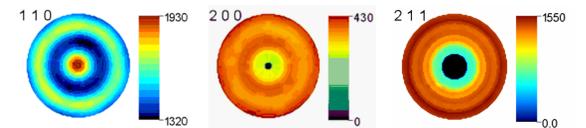
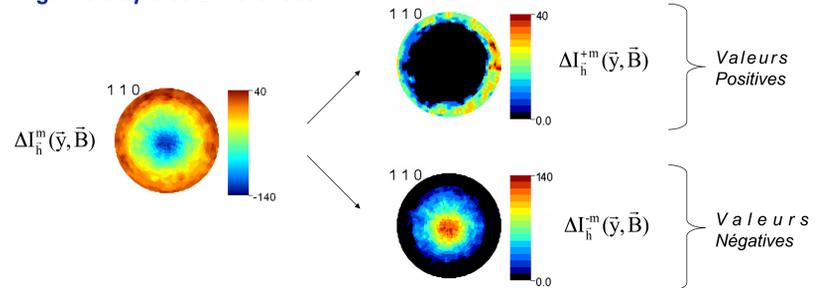


Figure 8: Figures de pôles avec champ pour les plans {110}, {200} et {211}

$$I_h^n(\vec{y}, \vec{B}) = I_h^n(\vec{y}, 0)$$

$$\text{Alors: } I_h(\vec{y}, \vec{B}) = I_h^n(\vec{y}, 0) + I_h^m(\vec{y}, \vec{B}) \quad (2)$$

➤ Figures de pôles Différences :



Représentent la variation de polarisation magnétique de l'échantillon sous champ

➤ Figures de pôles expérimentales magnétiques totales (Figure 9):

On déduit de (2) - (1) les figures de pôles magnétiques totales:

$$I_h^m(\vec{y}, \vec{B}) = I_h(\vec{y}, \vec{B}) - I_h^n(\vec{y}, 0) + \Delta I_h^m(\vec{y}, \vec{B})$$

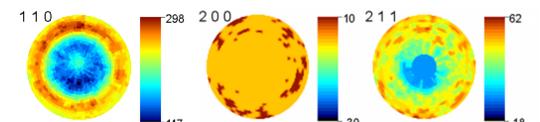
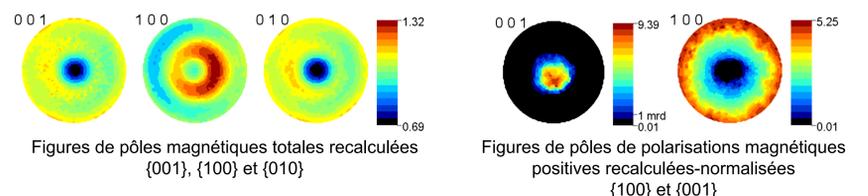


Figure 9: Figures de pôles magnétiques totales {110}, {200} et {211}

➤ Affinements de $f_n(g)$ et $f_m(g)$ par la méthode WIMV :

Pour un système cristallin cubique, la figure de pôles $I_{\{110\}}^n(\vec{y})$ complète suffit à déterminer l'ODF par affinement WIMV, et donc d'obtenir les figures de pôles normalisées $P_{(hkl)}^m(\vec{y}, \vec{B})$



➤ Conclusion

- Informe sur le lien entre moments magnétiques individuels des cristallites dans la structure et la façon dont ces moments se réorientent sous champ magnétique, en 3D,
- En utilisant une approche de moyennage tensoriel, similaire à celle développée pour le calcul de propriétés élastiques, la MODF peut servir pour estimer quantitativement les propriétés magnétiques macroscopiques d'échantillons orientés [5],
- L'analyse des MODF permet d'avoir une approche globale de la texture magnétique,
- Méthode non destructive, utile pour caractériser des échantillons réels, à incorporer dans le formalisme d'analyse combinée [6].

➤ Références

- [1] H.-J. Bunge, C. Esling Ed.: Quantitative Texture Analysis, DGM, Germany, 1982, 450p.
- [2] D. Chateigner Ed.: Combined analysis: structure-texture-microstructure-phase-stresses-reflectivity analysis by x-ray and neutron scattering, 2004, 147p
- [3] D. Chateigner, H.-R Wenk & M. Pernet. J Applied Crystallography, 30, 1997, 43-48.
- [4] D. Chateigner, L. Lutterotti, T. Hansen. ILL report 97 "Highlights": 1998, 28-29.
- [5] M. Brisan, J-A. Szpunar, Z. Tun & J-H. Root. Magnetic texture determination using nonpolarized neutron diffraction, Physica Review B, 53-10, 1996.
- [6]: M. Morales, D. Chateigner, D. Fruchart: Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 257(2), 2003, 258-269.