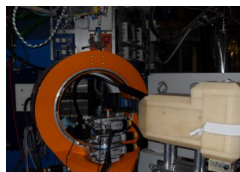


Prochaine date limite des propositions d'expériences : 1<sup>er</sup> mai 2012

<http://www-llb.cea.fr>

## Avancement des projets CAP2015



Le nouveau cercle de 6T1 et son axe échantillon en position sur l'air

Le programme de rénovation des appareils du LLB poursuit son chemin.

L'appareil 7C2 a été considérablement amélioré (voir page suivante). Le nouvel axe échantillon et le nouveau détecteur de l'appareil de texture 6T1 ont été livrés. En permettant la mesure de plusieurs points et plusieurs raies simultanément, ce nouvel équipement réduira considérablement les temps d'acquisition de l'appareil. Equipé de nouveaux collimateurs et d'une machine de traction, il permettra également la mesure des contraintes sur de petites pièces. L'appareil à écho de spin MUSE est réparé et a retrouvé ses performances originales. Les équipes du LLB construisent actuellement la bobine courbe qui permettra l'installation de vingt détecteurs multipliant d'autant l'efficacité de l'appareil.



Arrivée des premiers éléments de G44 avant son montage sur l'aire expérimentale

Cet été débutera l'installation du nouvel appareil de petits angle PA20. Fin 2013, il remplacera PAXE qui sera arrêté cet été pour lui céder la place. De même l'appareil à temps de vol MIBEMOL sera arrêté et démonté pour permettre l'installation de la version 3 du réflectomètre pour liquides Eros. Cette version 3 se caractérise par l'utilisation permanente du multidétecteur et sera installée début 2013. Elle offrira un gain de 2 en performances par rapport à la version actuelle. Enfin, les différents constituants du nouvel appareil de diffraction de poudre à haute résolution ont été livrés. Ils seront installés à l'emplacement G44 pour commencer à être testés à la fin du printemps.

## POINT SCIENCE : « Magnétisme moléculaire : sonder l'anisotropie locale avec des neutrons polarisés »

A. Borta<sup>1</sup>, B. Gillon<sup>2</sup>, A. Gukasov<sup>2</sup>, A. Cousson<sup>2</sup>, D. Luneau<sup>1</sup>, E. Jeanneau<sup>1</sup>, I. Ciunacov<sup>1</sup>, H. Sakiyama<sup>3</sup>, K. Tone<sup>3</sup> & M. Mikuriya<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Université C. Bernard Lyon 1, Laboratoire des Multimatiériaux et Interfaces (UMR 5615), 69622 Villeurbanne Cedex, France.

<sup>2</sup> CEA, IRAMIS, Laboratoire Léon Brillouin, CNRS UMR 12 - 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France.

<sup>3</sup> Faculty of Science, Yamagata University, 1-4-12 Kojirakawa, Yamagata, 990-8560, Japan.

<sup>4</sup> School of Science and Technology, Kwansai Gakuin University, 2-1 Gakuen, Sanda 669-1337, Japan.

Un des enjeux actuels de l'ingénierie moléculaire est le stockage de l'information à l'échelle de la molécule unique. Un point-clé dans ce domaine est la maîtrise des paramètres qui régissent l'anisotropie magnétique moléculaire et la compréhension des relations magnéto-structurales qui la contrôlent. Les mesures macroscopiques de susceptibilité magnétique et d'aimantation ne donnent accès qu'au comportement global du matériau d'où la nécessité d'une méthode d'investigation au niveau microscopique. La diffraction de neutrons polarisés (DNP), grâce à l'approche des tenseurs locaux de susceptibilité magnétique, permet de visualiser les moments magnétiques sur chaque site atomique de la molécule.

Le magnétisme moléculaire attire un intérêt croissant depuis la découverte de la molécule  $[Mn_{12}]$  qui se comporte comme un aimant à l'échelle moléculaire en dessous de la température dite « de blocage » [1]. Une des conditions pour l'application future de ces nano-objets dans le stockage de l'information est l'existence d'une barrière d'énergie élevée entre les deux états de spin  $\pm S$ , ce qui requiert une très forte anisotropie axiale, d'où l'intérêt de contrôler la géométrie moléculaire.

L'aimantation sur chaque site atomique d'un composé anisotrope n'est pas colinéaire au champ magnétique appliqué, et varie très fortement en fonction de la direction du champ appliqué. Dans ce cas, les mesures magnétiques macroscopiques ne donnent d'information que sur la résultante des moments magnétiques induits dans une direction fixée, et ne permettent pas de caractériser l'anisotropie magnétique au niveau microscopique. Grâce à l'interaction dipolaire magnétique, la diffraction de neutrons polarisés en spin (DNP) permet de sonder

la distribution réelle des moments magnétiques en grandeur et en direction dans la maille cristalline, en particulier pour des composés paramagnétiques très anisotropes.

Le développement récent au LLB d'une méthode d'analyse [2] basée sur les tenseurs locaux de susceptibilité magnétique permet de visualiser les moments induits sur les différents sites atomiques. Cette approche a été appliquée ici pour la première fois à l'étude des relations magnéto-structurales d'un composé moléculaire,  $[Co_2(sym-hmp)_2](BPh_4)_2$  où hmp = hydroxyméthylpyridine [3].

Dans  $[Co_2(sym-hmp)_2](BPh_4)_2$  les molécules du complexe organométallique  $[Co_2(sym-hmp)_2]^{2+}$  sont isolées les unes des autres par les contre-ions  $BPh_4^{4-}$  et des molécules de solvant (non représentés dans la Figure 1). Le complexe comprend deux ions  $Co^{2+}$  au centre d'octaèdres distordus comprenant deux atomes d'azote et quatre atomes d'oxygène, dont deux pontants. Les mesures magnétiques sur monocristal (Figure 2) montrent clairement un comportement anisotrope qui peut être reproduit dans le cadre d'un modèle usuel de spins effectifs  $1/2$  couplés antiferromagnétiquement, où l'angle entre les deux moments locaux est de  $39^\circ$  [3]. Cependant ce modèle, qui est en bon accord avec l'expérience, reste purement phénoménologique car il ne donne pas les vraies valeurs et orientations des moments des ions  $Co^{2+}$ , qui possèdent un spin  $3/2$ . Pour résoudre ce problème, une expérience de DNP sur monocristal a été réalisée sur le diffractomètre 5C1 à basse température, en appliquant un fort champ magnétique selon l'axe principal **a**. L'analyse des données par la méthode des tenseurs locaux de susceptibilité permet de retrouver la valeur réelle des moments magnétiques des ions  $Co^{2+}$  ( $3 \mu_B$ , en accord avec le spin  $S = 3/2$ ) et leur orientation par rapport à la géométrie moléculaire. Les moments magnétiques sont symétriques par rapport à l'axe binaire principal (axe  $2 // \mathbf{b}$ ) et selon la direction perpendiculaire à l'axe de distorsion de l'octaèdre centré sur chaque ion  $Co^{2+}$ . Leurs directions font un angle de  $37(\pm 1)$  degrés (Figure 3). L'expérience de DNP montre que ce dimère de  $Co^{2+}$  se comporte comme un système de deux ions de spin  $3/2$  couplés antiferromagnétiquement, où l'anisotropie magnétique est gouvernée localement par la distorsion locale de l'environnement octaédrique de chaque ion. Cette première application de la méthode des tenseurs de susceptibilité locale à un composé moléculaire paramagnétique fortement anisotrope montre le potentiel de la DNP pour l'étude et la compréhension de l'anisotropie magnétique dans le domaine du magnétisme moléculaire.

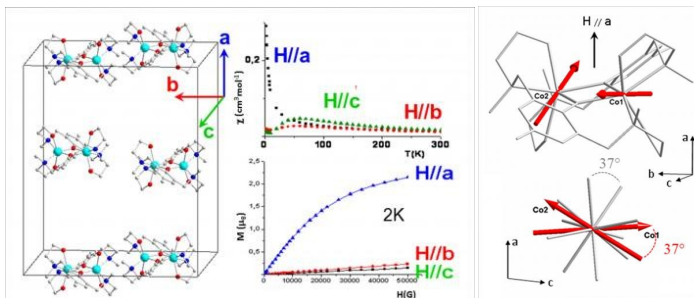


Figure 1 : Structure du composé  $[Co_2(sym-hmp)_2](BPh_4)_2$  ( $\bullet$ Co,  $\circ$ N,  $\bullet$ O). Les molécules de  $BPh_4$  sont omises pour plus de clarté. Figure 2 : Susceptibilité magnétique  $\chi(T)$  en fonction de la température et aimantation  $M(H)$  en fonction du champ magnétique à  $T=2K$  pour différentes orientations de  $H$  par rapport aux axes cristallographiques. Figure 3 : Moments magnétiques induits sur les ions  $Co^{2+}$  à  $2K$  par un champ  $H$  de 7 Tesla, appliqué selon l'axe cristallographique **a**.

### Références

- [1] R. Sessoli et al., Nature 365 (1993) 1413.
- [2] A. Gukasov & J. Brown, J. Phys. Cond. Mat. 14 (2002) 8831.
- [3] A. Borta, et al., Phys. Rev. B 83 (2011) 184429.

# Le nouveau diffractomètre 7C2 pour liquides et amorphes

Le principe en avait été décidé en décembre 2007, le nouveau système de détection du diffractomètre pour liquides et amorphes est en cours d'installation sur le canal chaud 7C2 du réacteur Orphée.

Le nouveau détecteur permettra de gagner un facteur 25 sur les taux de comptage grâce à une efficacité multipliée par 4.5 et un angle solide par 5.5 ! Il consiste en 16 modules de 16 tubes verticaux à détection de position d'une hauteur sensible de 470mm, avec leur électronique (Mesytec). La haute pression de  $^3\text{He}$  (30 bar) de ces détecteurs-tubes Reuter-Stokes permet une excellente efficacité aux courtes longueurs d'onde : 76% à 0.72 Å, et encore 69% à 0.58 Å. Le pas angulaire entre tubes est de 0.52°, la distance échantillon-détecteur 1.5m. Il n'y aura pas de collimateur dans un premier temps.

Le nouveau système garde un atout majeur de 7C2, qui est de permettre une mesure complète en une seule acquisition (pour les échantillons ou environnements instables). Ce saut dans l'efficacité de comptage va ouvrir de nouvelles opportunités aux utilisateurs de 7C2 : petits échantillons (substitution isotopique, ...), cinétiques, mesures à longueur d'onde 0.58Å (où le faible flux était jusqu'ici dissuasif), environnements échantillon complexes, etc. Certains échantillons l'attendent déjà depuis l'an dernier !

Après une longue attente incertaine des 128 paires de tubes du fait de la pénurie de  $^3\text{He}$ , puis la sélection de l'électronique, et la conception et fabrication de la partie mécanique et protection, l'ensemble châssis et

protection a pu être pré-assemblé dans le Hall des Guides toute fin 2011. Le montage définitif sur l'aire de 7C2 s'est effectué début 2012, à l'occasion du long arrêt d'hiver lié au changement des sources froides.

Les premiers tests de fonctionnement de l'instrument, débutés le 27 mars avec le retour des neutrons, sont très encourageants, et le nouveau 7C2 devrait ouvrir aux utilisateurs avant l'été.



La nouvelle protection du détecteur 7C2 en route vers son emplacement définitif dans les Hall Réacteur.



J.-P. Ambroise installe le nouveau puits motorisé avant les premiers tests du détecteur

Les utilisateurs sont informés régulièrement par mail de l'état du projet. Vous pouvez vous inscrire sur cette liste en contactant [brigitte.beuneu@cea.fr](mailto:brigitte.beuneu@cea.fr)

## ECOLES ET FORMATIONS EN NEUTRONIQUE

### FAN du LLB



A l'occasion des prochaines FAN du LLB, l'installation accueillera une vingtaine de stagiaires doctorants, post-doctorants et chercheurs confirmés pour 4 jours de cours et Travaux Pratiques. La session 2012 est prévue du 26 au 29 Novembre prochain, et offrira, comme précédemment, de

s'initier à 2 techniques de diffusion complémentaires.  
**Date limite d'inscription : 7 octobre 2012**

### JDN 20

La prochaine édition des JDN, école thématique et rencontres Rossat-Mignod, se déroulera à Seignosse dans les Landes du 18 au 24 mai 2012.

L'école thématique

« NEUTRONS ET MAGNETISME » (18-22 mai) permettra de donner une vue d'ensemble des enjeux fondamentaux comme des aspects plus techniques et expérimentaux dans ce domaine. Cette école s'adressera tant aux étudiants qu'aux chercheurs plus confirmés soucieux d'approfondir leur connaissances ou de se former aux techniques neutroniques.



Un programme avec de nombreux intervenants issus de domaines variés (diffraction, diffusion inélastique, réflectométrie, SANS, neutrons polarisés) comprenant des cours magistraux, mais aussi des sessions plus interactives (exemples concrets et travaux pratiques) est d'ores et déjà disponible sur le site des JDN20 :

<http://www.sfn.asso.fr/JDN/JDN20/>

Comme chaque année, l'école sera suivie d'un workshop (Rencontres Rossat-Mignod, 22-24 mai), moment de convivialité où l'ensemble de la communauté des neutroniciens peut se retrouver, et qui donnera un panorama de la recherche actuelle où les techniques de diffusion de neutrons ont apporté une contribution significative. Nous vous invitons à soumettre vos contributions sous la forme de présentation orale ou d'affiche en envoyant vos résumés à l'adresse suivante : [jdn.20@cea.fr](mailto:jdn.20@cea.fr).

#### Liste des sessions et Travaux Pratiques :

Résolution de structures magnétiques, Réflectométrie, Couches minces, Diffusion inélastique et excitations magnétiques, Nanoaimants moléculaires, Glaces et liquides de spins, Rayons X résonnants, RMN et mu-SR, Neutrons polarisés.

## L'ENSEIGNEMENT AU LLB

En plus d'accueillir les expérimentateurs venant réaliser leurs expériences et développer ses propres programmes de recherche, le LLB a pour mission de former la communauté scientifique française à la diffusion neutronique. Cette mission est assurée par le biais de formations comme HERCULES et les FAN, mais aussi via des collaborations avec divers établissements universitaires (Universités Paris-Sud, Bordeaux, Marseille, Ecole Centrale, UPMC). dans le cadre de Travaux Pratiques au niveau Master-2. A ce niveau, ces TP permettent en particulier de faire le lien entre des notions d'optique (ondes et interférence, diffraction), de cristallographie (structures cristallines et magnétiques), et de physique de la matière condensée (transitions de phase, dispersion des phonons, ou des ondes de spin). Ils aident enfin les étudiants à « matérialiser » l'espace réciproque, notion fondamentale en physique, mais parfois délicate à appréhender.

Pour ces TP, le laboratoire a choisi de mettre à disposition une ligne de neutrons dédiée, en accès libre, ainsi que du personnel en soutien des encadrants. Ce spectromètre « 3 axes », G43, qui installé dans le hall des guides est un appareil polyvalent qui permet de réaliser à la fois des expériences de diffraction mais aussi de diffusion inélastique. Ce choix volontariste est une disposition rare au plan international, puisque la plupart des centres de neutrons n'organisent de formations qu'au niveau doctorat ou post-doctorat et non Master-2.

### Quelques parutions récentes

Evidence of oxygen-dependent modulation in  $\text{LuFe}_2\text{O}_4$ . Bourgeois J., Hervieu M., Poenar M., Abakumov A. M., Elkaim E., Sougrati M. T., Porcher F., Damay F., Rouquette J., Van Tendeloo G., Maignan A., Haines J. and Martin C. *Physical Review B*, vol. 85(6), pp., (2012)

### HERCULES 2012

Les étudiants de la formation européenne aux grands instruments HERCULES se sont retrouvés du 23 mars au 28 mars en région parisienne, distribués entre Soleil et le LLB pour des travaux pratiques après 2 semaines de cours et 3 jours au synchrotron SLS (Suisse).

Au LLB, ce sont 18 étudiants, venus de laboratoires de toute la planète (Allemagne, Danemark, Italie, Royaume Uni, Russie, Slovaquie, USA, Taïwan, ... et France), qui ont participé avec enthousiasme à deux TP chacun sur différentes techniques de neutrons (petits et très petits angles, spin-écho en matière molle et biologie, diffraction, réflectivité, textures et contraintes). Pour la première fois cette année, les étudiants, venus de toutes thématiques (dont 4 biologistes), avaient pu choisir à l'avance leurs TP.

La chance était vraiment avec nous, le réacteur a pu démarrer juste la veille des premiers TP... et un grand ciel bleu, inhabituel ici en cette saison, a accompagné leur week-end parisien ! Mais nous avons oublié la photo de groupe, dans la précipitation de ces TP réduits d'un jour cette année, de façon exceptionnelle...

<http://hercules.grenoble.cnrs.fr/>

Pour vous aider dans vos projets d'expériences de diffusion neutronique, n'hésitez pas à contacter les chercheurs du LLB.

<http://www-llb.cea.fr/>

