



	Experiment title: Tracking the low temperature lattice ordering and strain distribution during Verwey phase transition in magnetite	Experiment number: HC-5587
Beamline: ID-03	Date of experiment: from: 04.06.2024 to: 10.06.2024	Date of report: 06.09.2024 <i>Received at ESRF:</i>
Shifts: 18	Local contact(s): Carsten Detlefs, Can Yildirim	
Names and affiliations of applicants (* indicates experimentalists): Dr. Emilio Lorenzo*, CNRS – UJF Institut Neel Dr. Guillaume Beutier*, SIMAP Laboratory Dr. Luc Ortega*, Universite Paris Sud Prof. Andrzej Kozłowski*, AGH University of Krakow, Department of Solid State Physics Dr. Wojciech Tabis*, AGH University of Krakow, Department of Solid State Physics Mateusz Gala*, AGH University of Krakow, Department of Solid State Physics Aleksandra Pacanowska*, Institute of Nuclear Physics, Polish Academy of Sciences		

Report:

Celem eksperymentu było zbadanie sprzężenia pomiędzy odkształceniem sieci krystalicznej a fazowym przejściem Verwey’a (VT) w kanonicznym związku, jakim jest magnetyt. Przejście to obserwowane jest w temperaturze $T_V \approx 124$ K i tłumaczone jako wynik oddziaływań typu elektron–elektron oraz silnego sprzężenia elektron–fonon [1]. Bardziej szczegółowo, chcieliśmy sprawdzić, w jaki sposób rozgęstnienia elektronowe, raportowane w [2] i [3], wpływają na odkształcenie sieci magnetytu w pobliżu T_V .

Podczas całego czasu dostępu do wiązki staraliśmy się osiągnąć niskie temperatury. Niestety okazało się, że chłodzenie próbki zamontowanej na uchwycie, który został specjalnie zaprojektowany i wykonany na potrzeby eksperymentu, za pomocą oparów ciekłego azotu, jest niewystarczające. Taki sposób chłodzenia uniemożliwia obserwacje w zakresie temperatury około 120 K, mimo zastosowania specjalnego adaptera z odczytem temperatury. W przypadku jednej z naprężonych próbek, udało się jednak w jednej próbie zejść poniżej VT. Zaobserwowano również refleks (002), który jest zabroniony dla symetrii regularnej.

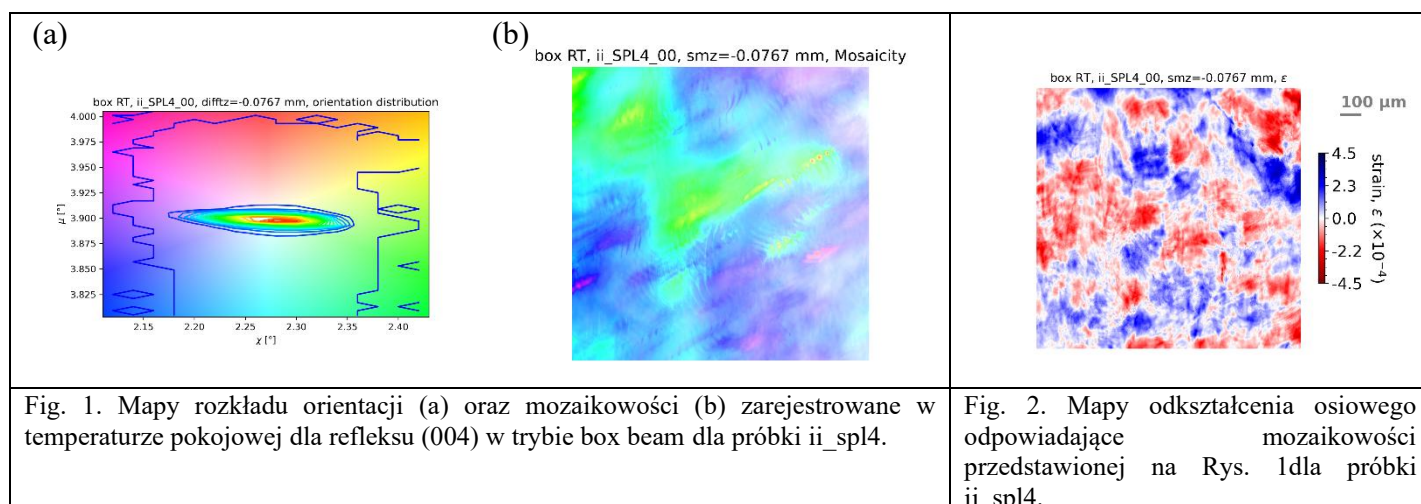
Powstające gradienty temperatury przekraczały jednak 10 K powyżej i poniżej zaprogramowanej wartości zadanej. Uchwyt próbki wraz z próbką oraz przymocowanym rezystorem Pt-100 stale ulegał oszronieniu, co powodowało również drgania próbki przyklejonej za pomocą GE Varnish. Z tego względu obrazowanie próbek za pomocą wiązki dyfrakcyjnej w niższych temperaturach było niezwykle trudne.

Wobec powyższego, zdecydowaliśmy się scharakteryzować i porównać trzy próbki w temperaturze pokojowej. Były to monokryształy wyhodowane metodą topienia strefowego (Travelling Solvent Floating Zone). Jedna z próbek była próbką referencyjną, a dwie pozostałe były jednoosiowo ściskane, przy czym naprężenie przykładano wzdłuż kierunku [110]. Kryształy te wykazały różnice w wartości T_V , badanej metodą podatności magnetycznej AC. Dla próbki poddanej plastycznemu odkształceniu temperatura przejścia Verwey’a osiągnęła wartość nawet o 1.5 K wyższą niż dla próbki referencyjnej.

Płaska powierzchnia wszystkich próbek była zgodna z płaszczyzną (001). Silny refleks sieciowy (004), występujący zarówno w fazie regularnej, jak i jednoskośnej, posłużył do badania wewnętrznej struktury próbek.

Report - 2024

analizowanych próbek zostały jednoosiowo ściśnięte w kierunku [110], a naprężenie przyłożono w płaszczyźnie przecięcia względem kierunku ich cięcia z całego kryształu. Wszystkie próbki zostały identycznie zorientowane, tak aby ich płaska powierzchnia była równoległa do płaszczyzny (001) i zgodna z wektorem falowym padającej wiązki.



Wyniki zebrane w temperaturze pokojowej, w postaci profilu refleksu (004) w skanach „rocking” (m) i „rolling” (c), w sumie 816 zdjęć dla każdej z 11 analizowanych pozycji wzdłuż wysokości próbki (difftz), odpowiadającej mozaikowości oraz mapy odkształceń przedstawiono odpowiednio na rysunkach 1 i 2. Zaobserwowano struktury pasmowe w mapach mozaikowości, natomiast rozrzut kątowy dla skanów rolling i rocking jest porównywalny dla wszystkich trzech kryształów. Rozkład odkształceń jest natomiast raczej losowy, bez wyraźnych wzorców. Dla próbki ii_spl4 profil pików (004) wykazuje rozszczepienie rozkładu orientacji (zob. rys. 1a). Może to odpowiadać powstawaniu bliźniaków na sąsiednich płaszczyznach (004) wskutek działania naprężeń jednoosiowych.

Rozróżnienie próbek naprężonych od próbki referencyjnej było jednoznaczne. Naprężenia wywołane ściskaniem jednoosiowym były rozłożone równomiernie jako skumulowane pole liniowych dyslokacji.

Można stwierdzić, że cel naszego eksperymentu został częściowo osiągnięty. Przeprowadzono serię pomiarów DFXM z użyciem profili wiązki typu „box beam” (h: 1 mm × v: 0.8 mm) oraz „line beam” (h: 0.1 mm × v: 0.001 mm). Scharakteryzowano trzy monokryształy stechiometrycznego magnetytu wyhodowane tą samą metodą. Jedną z próbek była próbką referencyjną, natomiast pozostałe były odpowiednio poddane odkształceniom elastycznym i plastycznym. Profile box beam ujawniły dyslokacje wprowadzone poprzez przykładanie naprężeń jednoosiowych do materiału. Mapy odkształceń nie wykazują jednorodnego rozkładu, natomiast analiza skanów warstwowych wciąż trwa [4]. Pomiar dynamicznej podatności magnetycznej dla tych próbek potwierdza wzrost temperatury przejścia Verwey’a po przyłożeniu naprężeń jednoosiowych w kierunku [110], co zostało pierwotnie doniesione w [5].

Warto zaznaczyć, że początek naszego eksperymentu zbiegł się w czasie z wymianą goniometru w komorze eksperymentalnej, co spowodowało opóźnienie o 3 zmiany już na starcie. Dodatkowo, w trakcie nocnych pomiarów notorycznie dochodziło do licznych rozłączeń systemu oraz awarii sterowników silników, co skutkowało utratą kolejnych 2 zmian. Łącznie, co najmniej 5 zmian zostało straconych w wyniku zdarzeń losowych.

- [1] P. Piekarczyk et al., Phys. Rev. B 76, 165124 (2007).
- [2] W. Tabiś, et al., J. Phys.: Condens. Matter 25, 055603 (2013).
- [3] W. Wang, et al., Sci. Adv.: Cond. Mat. Phys. 9 (2023).
- [4] M. A. Gala, et al., to be published.
- [5] Y. Nagasawa, et al., J. Phys. Soc. Japan 76, 110 (2007).