

QMAX : ANALYSE QUANTITATIVE DE LA MICROSTRUCTURE DE COUCHES MINCES NANOSTRUCTURÉES



A. Boule¹, R. Guinebretière¹, H.B. Song¹, E. Thune¹, D. Babonneau², S. Camelio², M. Garel, P. Goudeau², F. Pailloux², J. F. Bélar³, N. Boudet³, J. L. Hodeau³

¹ SPCTS, UMR CNRS 7315, ENSCI, Centre Européen de la Céramique, 12 rue Atlantis, Limoges cedex
² Institut Pprime, UPR CNRS 3346, Université de Poitiers - ENSMA, SP2MI, Bd Marie et Pierre Curie, 86962 Futuroscope
³ Institut Néel, UPR CNRS 2940, CNRS Université Joseph Fourier, 25 rue des Martyrs 38042, Grenoble cedex 9

Objectifs du projet

QMAX en chiffres :

- ✓ Mars 2010 - Février 2014
- ✓ 3 laboratoires impliqués
- ✓ 1,32 M€
- ✓ 6,3 équivalents temps plein permanents par an sur 4 ans et 2 équivalents temps plein post-doc par an sur 3 ans

✓ Caractérisation quantitative de nanostructures

Couches minces complexes contenant des forts taux de défauts, constituées de « matériaux réels » (oxydes, nitrures ou carbures fonctionnels)

✓ Suivi de l'évolution des nanostructures en fonction de la température (jusqu'à 1700° C)

Détermination des caractéristiques microstructurales dans des conditions correspondant à celles de l'élaboration ou celles d'usage

✓ Au travers des travaux menés, contribuer à fédérer à l'échelle nationale, une communauté de « spécialistes » utilisateurs des outils développés dans le cadre du projet

Réalisation d'un nouveau goniomètre sur la ligne BM02 à l'ESRF (date de recette: le 20/04/2012)



Caractéristiques du goniomètre

- ☞ Diffractomètre de très haute résolution angulaire en « géométrie kappa », permettant l'étude des nanostructures aussi bien en diffraction qu'en diffusion. Ce goniomètre est équipé de 2 détecteurs plans
- ☞ Une tête goniométrique motorisée permet d'orienter parfaitement l'échantillon par rapport au référentiel du goniomètre
- ☞ Mise en place d'un dispositif analyseur de polarisation sur le bras porte-détecteur

Expériences réalisées

- ☞ Depuis l'implantation du nouveau goniomètre, une dizaine d'expérience ont été réalisées par divers utilisateurs dans le cadre du temps de faisceau attribué par les comité de programme. Ces expériences ont permis de montrer que l'appareil est adapté à la mise en œuvre de nombreuses configurations incluant des mesure en diffraction coplanaire et non coplanaire.
- ☞ Les premières expériences rattachées au programme QMAX auront lieu prochainement en utilisant simultanément le goniomètre pour orienter l'échantillon et le banc de diffusion centrale comme support de la camera GISAXS.

Conception d'un four en haute température jusqu'à 1700° C et modélisation thermomécanique par Eléments Finis (EF)

Caractéristiques générales

- ☞ Tout le dispositif est porté par le goniomètre. L'échantillon est immobile à l'intérieur du four.
- ☞ Le four est hémisphérique avec un dôme transparent aux rayons X.
- ☞ Le refroidissement est assuré par un double système à eau et à air.

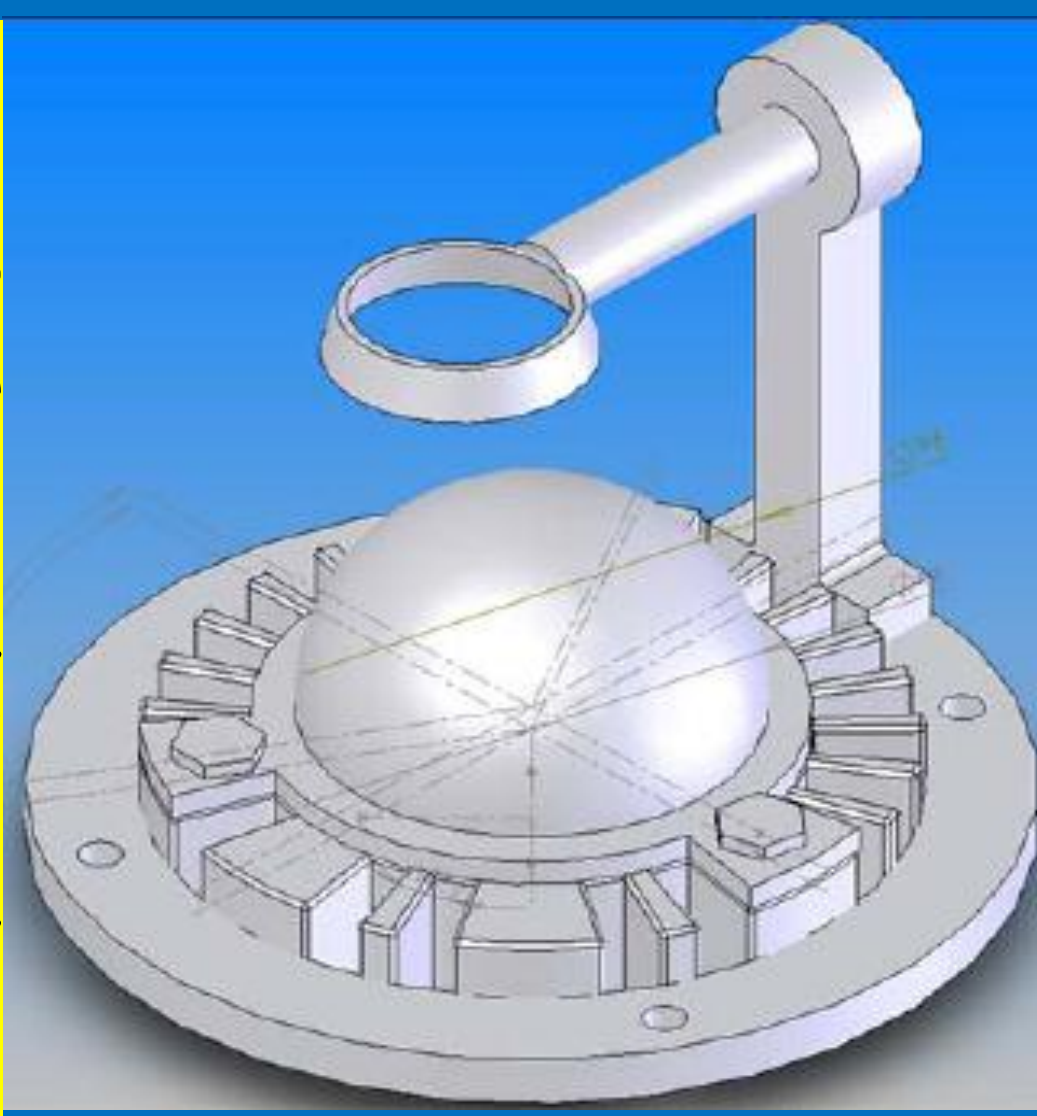


Fig. (a) Modèle établi par SolidWorks

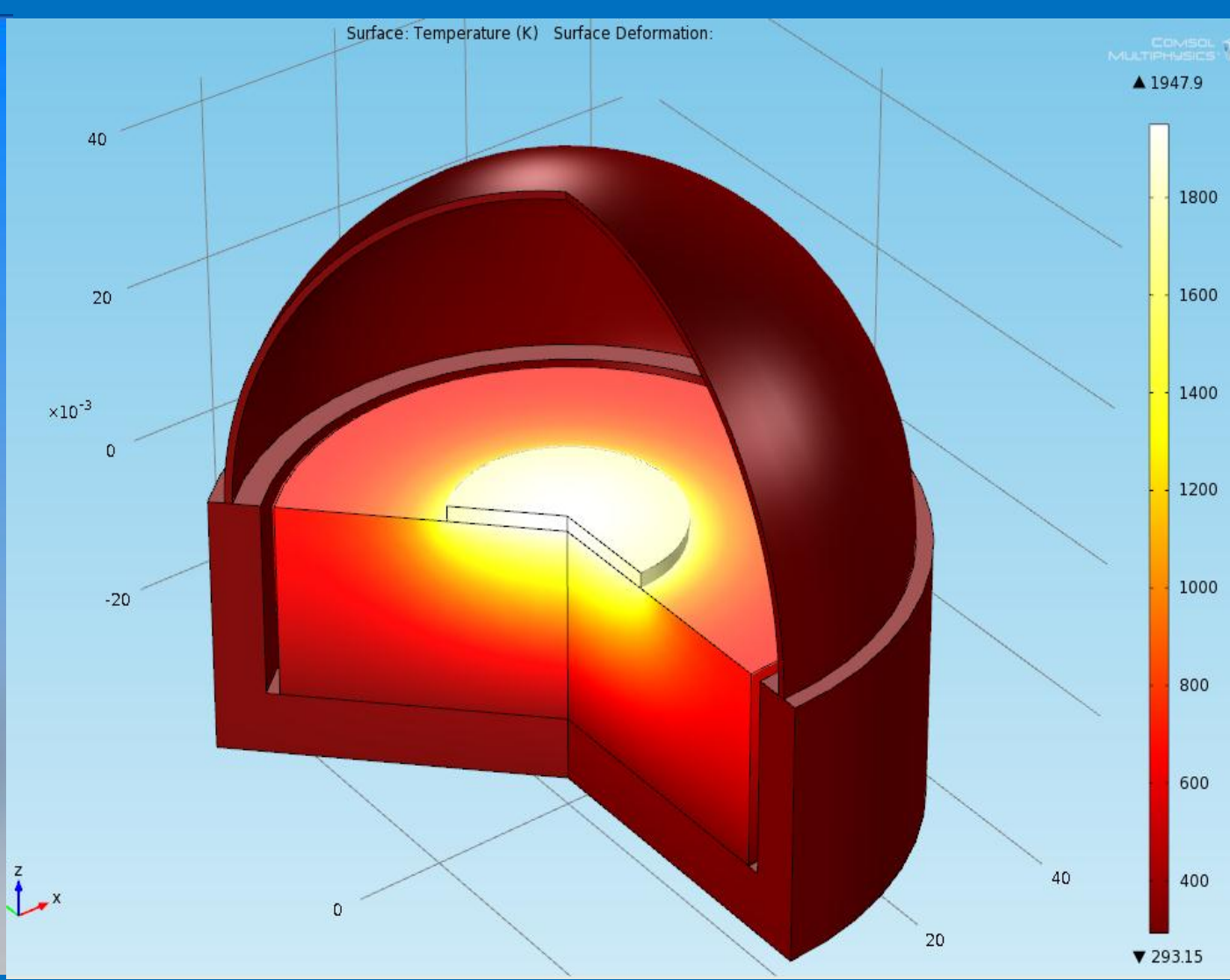


Fig. (b) Champs de température du mini-four

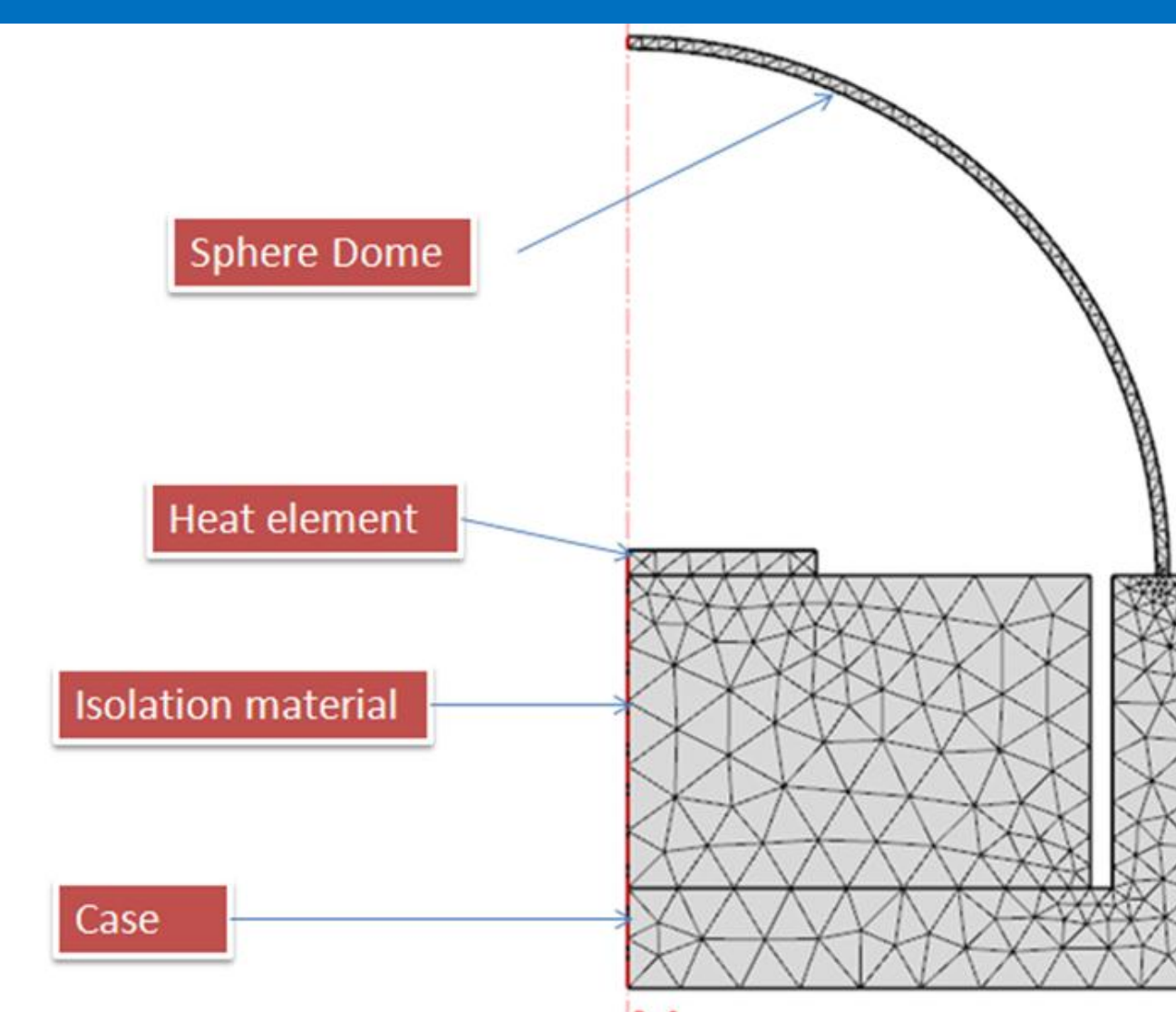


Fig. (c) Maillage du modèle de four

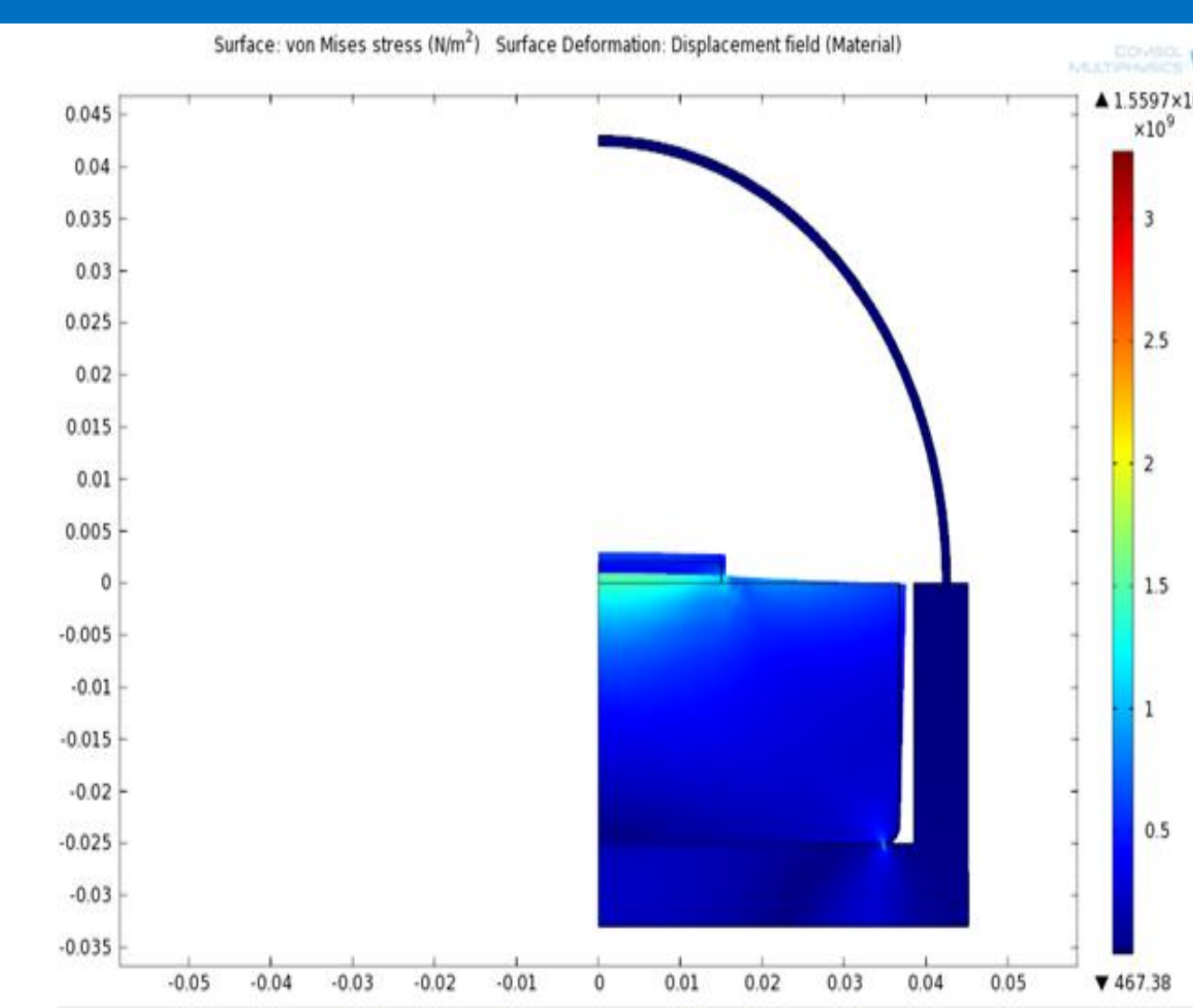


Fig. (d) Distribution des contraintes thermomécaniques

Modélisation du signal et caractérisation des échantillons tests par GISAXS et des techniques complémentaires

Optimisation des codes de calcul en python-fonctions 'noyaux' codées

- ☞ Coefficients de réflexion et de transmission suivant l'approche de Fresnel (formalisme matriciel d'Abélès)
- ☞ Approximation de Born de diffusion simple, l'amplitude diffusée dans le cadre de l'approximation de Born de l'onde distordue pour un nano-objet supporté et un nano-objet enterré
- ☞ Etude de l'influence du rôle de l'angle d'azimut
- ☞ Différents facteurs de forme (sphéroïde, ellipsoïde, cylindrique, hémisphéroïde),
- ☞ Fonctions de distribution sont directement prises d'un package Scipy (python scientifique) et l'interface utilisateur (GUI) est en cours de développement.

Elaboration d'échantillons tests

- ☞ Films minces d'alumine amorphe pulvérisés avec des ions Xe⁺ en incidence oblique pour former des réseaux de rides périodiques, et d'autre part des réseaux de nanofils de FePt obtenus par co-dépôt sur de telles surfaces ridées.

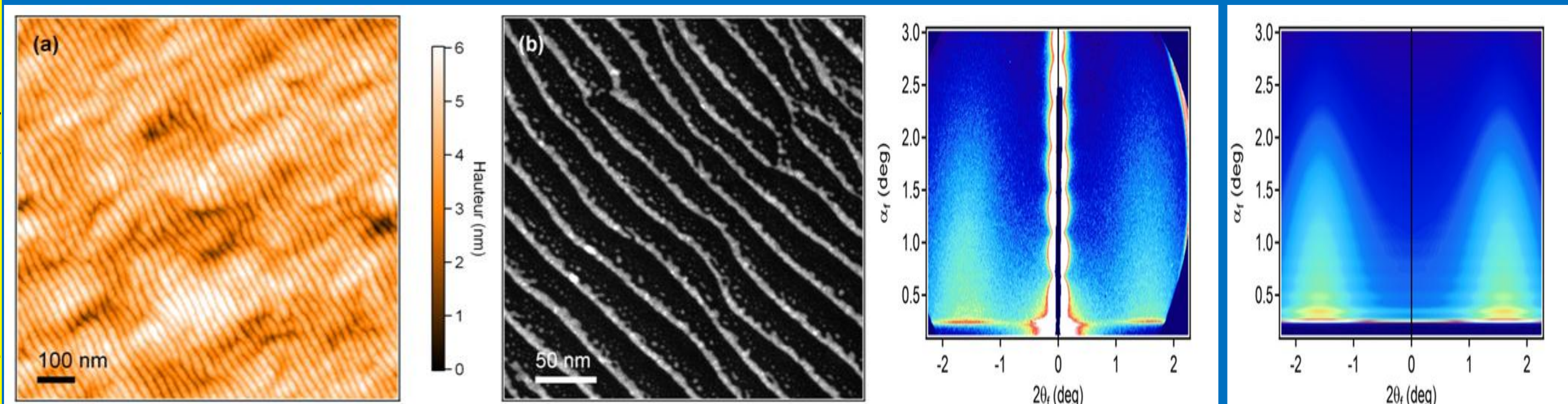


Fig. (a) Image AFM d'une surface ridée d'alumine amorphe
 Fig. (b) Image HAADF-STEM de nanofils auto-organisés obtenus par co-dépôt de FePt sur une surface ridée d'alumine amorphe
 Fig. (c) Expérience de GISAXS (Rippled Al₂O₃ buffer / FePt t = 0.35 nm / Al₂O₃ capping)
 Fig. (d) Simulation de GISAXS avec FitGISAXS (Rippled Al₂O₃ buffer / FePt t = 0.35 nm / Al₂O₃ capping)

Production scientifique (publications, brevets)

Depuis le début du projet (mars 2010), les membres du consortium QMAX ont présenté une dizaine de communication à des congrès internationaux ou nationaux concernant des résultats directement en lien avec la diffusion ou la diffraction sur des nanostructures en couches minces. Ces communications ont été soutenues par le projet QMAX.

CONTACT:

rene.guinebretiere@unilim.fr

