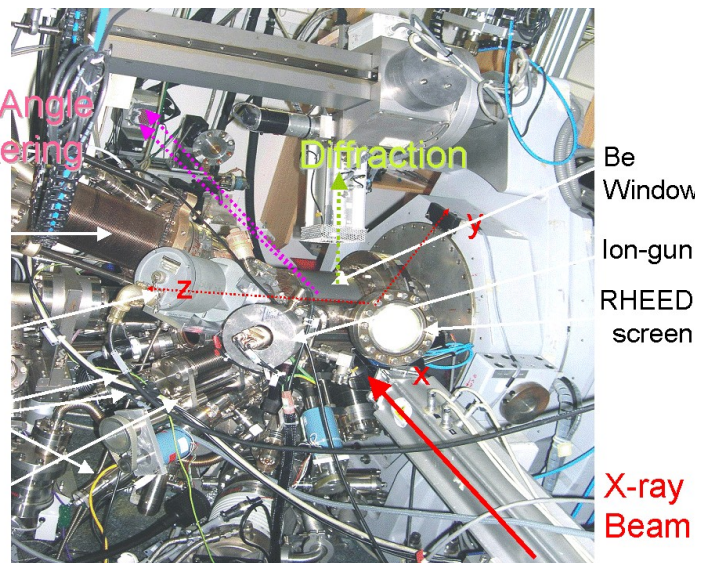


Instrument d'étude des Nanostructures sur Surfaces *in situ* ou *in operando* (INS)

Dans de nombreux cas, la compréhension des propriétés physiques (électroniques, magnétiques, photoniques, mécaniques ...) spécifiques ou nouvelles des objets contenant des structures à l'échelle nanométrique (nanoparticules, couches minces, interfaces...) requiert la compréhension de leurs propriétés structurales, en particulier durant les différents procédés (élaboration, recuits) nécessaires à leur obtention. L'instrument d'étude des Nanostructures sur Surfaces *in situ* ou *in operando* (INS) a justement pour objectif l'étude de la structure atomique, de la morphologie et de la composition des nanostructures, des surfaces ou des interfaces, en ultra-vide, et de leur évolution soit durant la croissance, soit en fonction de la température, du temps ou du montant déposé. Cet instrument et l'équipe associée ont été pionniers de ce type d'études, en développant et couplant *in situ*, en ultra-vide, *in operando*, des techniques de diffraction aux grands angles (Diffraction en incidence rasante, GIXD, diffraction de surface, SXRD) et aux petits angles (GISAXS, réflectivité) avec la sensibilité sur la composition chimique apportée par la diffusion dite anormale [1,2]. En plus de l'optimisation de ces différentes mesures, nous avons mis un accent tout particulier sur -1- la qualité du vide de base (quelques 10^{-11} mbar), -2- la préparation (four à très haute température, bombardement ionique, recuits sous gaz) et la pré-caractérisation des surfaces (analyse chimique par spectrométrie Auger, analyse cristallographique par diffraction d'électrons), -3- les nombreuses possibilités d'élaboration de nanostructures par épitaxie par jets moléculaire (MBE), -4- l'adjonction récente de la croissance de semiconducteurs par voir chimique (UHV-CVD). Ces développements résultent en un instrument très versatile, permettant d'envisager des études très diverses telles que des transitions solide/liquide [3] ; des études de l'évolution de nanostructures catalyseurs durant une réaction de catalyse [4], ou encore la fabrication et l'étude de composants hybrides, couplant par exemple des oxydes et des semiconducteurs. Ce sont ces spécificités qui rendent encore cet instrument unique [5,6,7] comparé aux autres instruments de diffraction de surfaces sur anneaux synchrotron (comme à SOLEIL ou à l'ESRF) qui utilisent des faisceaux de rayons X plus puissants, mais sont plus limités en termes d'élaborations.

Comme on le devine sur la figure, l'instrument consiste en une chambre ultra-vide avec ses équipements de caractérisation et ses sources, couplée à un gros diffractomètre permettant d'orienter d'une part la

Auger e⁻ spectro-meter
Pyro-meter
Effusion cells
UHV Beam-Stop



chambre et l'échantillon à l'intérieur de celle-ci par rapport au faisceau incident, d'autre part un détecteur bidimensionnel de dernière génération (type Pixel) sur l'hémisphère supérieure ; le tout localisé en bout de la ligne BM32.

Cet instrument a été développé au cours des années à partir d'une base construite en 1994, pour trouver récemment ses limites en termes de précision, de rapidité, mais aussi de versatilité. Ceci nous a conduit à proposer un projet d'Investissement d'avenir (EquipeX) qui a été accepté, pour remplacer cet instrument par un plus performant, permettant entre autres d'accéder à des temps caractéristiques plus court des différents processus cinétique mis en jeu.

[1] "*Real-Time Monitoring of Growing Nanoparticles*", G. RENAUD, R. LAZZARI, C. REVENANT, A. BARBIER, M. NOBLET, O. ULRICH, F. LEROY, J. JUPILLE, Y. BORENSZTEIN, C.R. HENRY, J.P. DEVILLE, F. SCHEURER, J. MANE-MANE, O. FRUCHART, **Science** **300**, 1416 (2003).

[2] "*Probing surface and interface morphology with Grazing Incidence Small Angle X-Ray Scattering*" G. RENAUD, R. LAZZARI, F. LEROY, **Surf. Sci. Rep.** **64**, 255-380 (2009).

[3] "*Substrate-enhanced supercooling in AuSi eutectic droplets*" T.U. SCHÜLLI, R. DAUDIN, G. RENAUD, A. VAYSET, O. GEAYMOND AND A. PASTUREL, **Nature**, **464**, 1174 (2010).

[4] "*Shape Changes of Supported Rh Nanoparticles During Oxidation and Reduction Cycles*", P. NOLTE, A. STIERLE, N. Y. JIN-PHILLIPP, N. KASPER, T. U. SCHULLI, H. DOSCH, **Science** **321**, 1654 (2008)

[5] "*Relaxation and intermixing behavior in SiGe islands grown on prepatterned Si(001)*" T. U. SCHÜLLI, G. VASTOLA, M.-I. RICHARD, A. MALACHIAS, G. RENAUD, F. UHLÍK, F. MONTALENTI, G. CHEN, L. MIGLIO, F. SCHÄFFLER, AND G. BAUER, **Phys. Rev. Lett.** **102**, 025502 (2009)

[6] "*Controlling structure and morphology of CoPt nanoparticles through dynamical or static coalescence effects*", J. PENUELAS, P. ANDREAZZA, C. ANDREAZZA-VIGNOLLE, H.C.N. TOLENTINO, M. DE SANTIS, AND C. MOTTET **Phys. Rev. Lett.** **100**, 115502 (2008)

[7] "*Point defect-induced strains in epitaxial graphene*" N. BLANC, F. JEAN, A. V. KRASHENINNIKOV, J. CORAUX AND G. RENAUD, **Phys. Rev. Lett.** **111**, 085501 (2013)