

1. Statistiques d'utilisation de la ligne CRG/IF

1.1 Allocation du temps de faisceau

Contractuellement l'ESRF impose aux lignes de distribuer 426 shifts de 8h sur les comités de programmes. Dans le cadre des lignes CRG, cela représente 142 shifts (1/3) à distribuer sur le comité international de l'ESRF et 284 shifts (2/3) sur les comités français (SOLEIL). Cette répartition a été suivie scrupuleusement puisque la ligne CRG/IF a distribué 292 shifts sur le comité français et 143 sur le comité ESRF, représentant un total de 28 expériences sur comité.

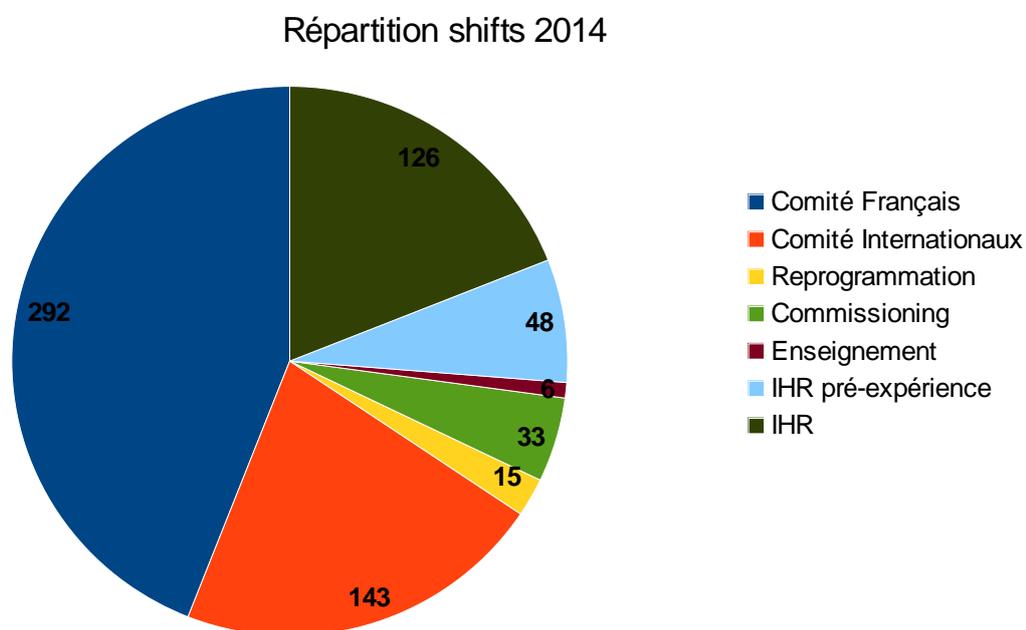


Figure 1: Répartition du temps de faisceau exploité sur la ligne de lumière CRG-IF BM32 au cours de l'année 2014 par leur utilisation (en shifts de 8 heures) pour expériences acceptées par les comités de programme. Le temps restant est propre au personnel de la ligne en charge de l'exploitation et des développements techniques et scientifiques. Il est employé sous forme de temps IHR (In-House Research beamtime) et de temps de maintenance-développement instrumental (Commissioning).

En plus de la mission de service, la ligne a programmé 228 shifts utilisés : d'abord pour reprogrammer des expériences ayant eu des problèmes techniques (principalement mauvaise préparation d'échantillon) 15 shifts, pour de l'enseignement par le biais des travaux pratiques HERCULES 6 shifts, et pour du commissioning ou pour du développement de méthodes instrumentales 33 shifts ; ensuite pour des pré-expériences pour s'assurer de la faisabilité (présence de signal exploitable) et de la pertinence du dépôt de propositions 48 shifts (essentiellement micro-diffraction et goniomètre multi-technique) ; et enfin pour de la recherche propre des équipes locales ou pour des collaborations 126 shifts (IHR). Parmi ces

shifts IHR, quelques-uns sont ajoutés à ceux de certaines expériences officielles utilisateurs en fonction de la difficulté des mesures et des développements méthodologiques et logiciels menés qui sont profitables à la ligne.

1.2 Statistiques d'attribution

Nous présentons dans les figures ci-dessous la répartition du temps attribué sur CRG-IF BM32 au cours de l'année d'exploitation mars 2014-mars 2015 en fonction des thématiques scientifiques, de l'instrument employé (micro-diffraction, GMT, INS), du laboratoire de rattachement des utilisateurs (proposeurs principaux et co-proposeurs ayant mené les expériences).

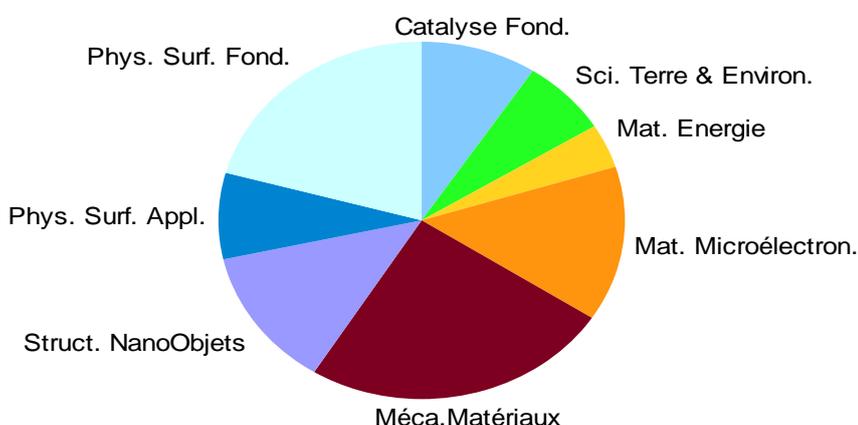


Figure 2 : Répartition par thématique scientifique du temps de faisceau d'expériences acceptées par les comités français et international en 2014 sur CRG-IF BM32 : Catalyse Fondamentale, Science de la Terre et Environnement, Matériaux pour l'Energie, Matériaux pour la Microélectronique, Mécanique des Matériaux, Structure des nano-objets, Physique appliquée des surfaces, Physique fondamentale des surfaces.

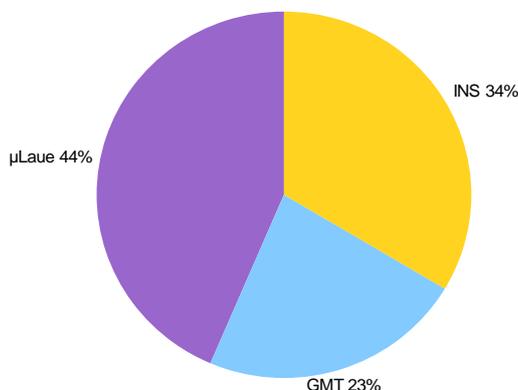


Figure 3 : Répartition par instrument du temps de faisceau d'expériences acceptées par les comités français et international en 2014 sur CRG-IF BM32 : Micro-diffraction Laue (μ Laue), Goniomètre multi-technique (GMT) et Etudes in situ de Nanostructures sur Surfaces (INS)

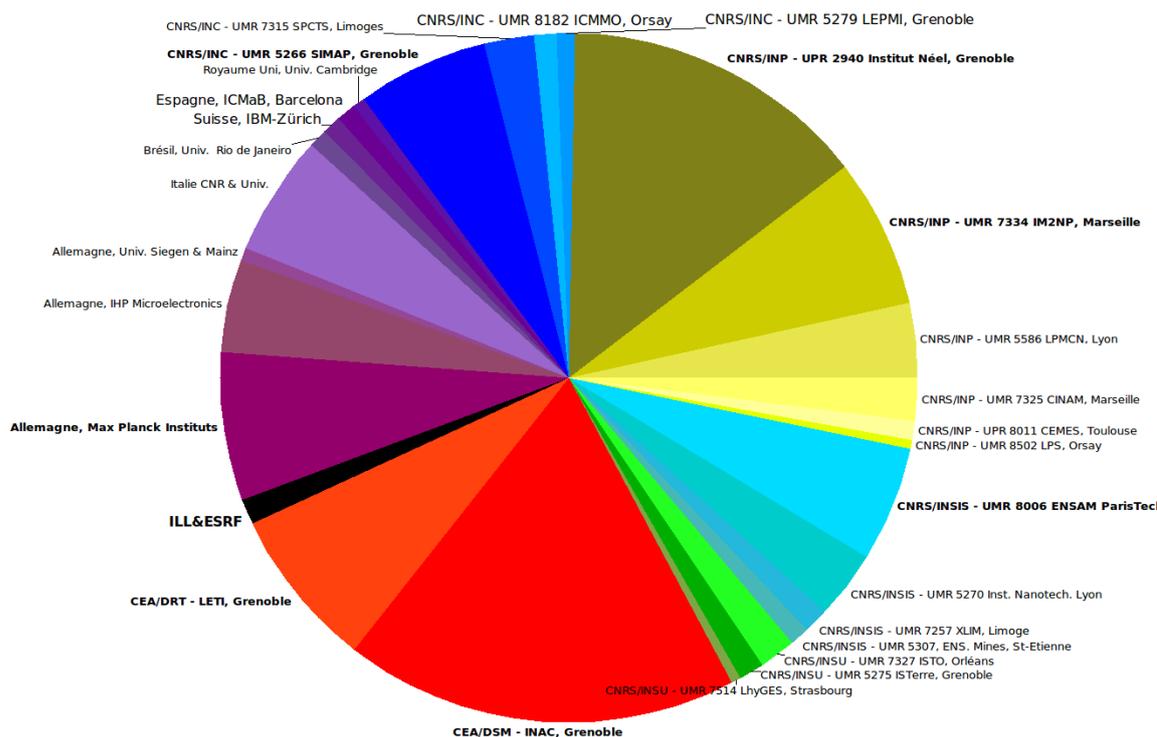


Figure 4 : Répartition par laboratoire et instituts du CNRS des utilisateurs (proposeurs et co-proposeurs ayant participé aux expériences) de la ligne CRG-IF BM32 à l'ESRF au cours de l'année 2014 (mars 2014-mars 2015) sur le temps français et international. (surface= utilisateur*temps)

Les thématiques abordées par les utilisateurs appartiennent à la recherche fondamentale (~ 1/3) et la recherche amont (~2/3) (figure 1). Elles portent essentiellement sur l'étude des surfaces, des nanoobjets et de leurs propriétés mécaniques (déformation, défauts, plasticité) suivies *ex situ* et *in situ*. La répartition par instrument montre une majorité d'expériences sur

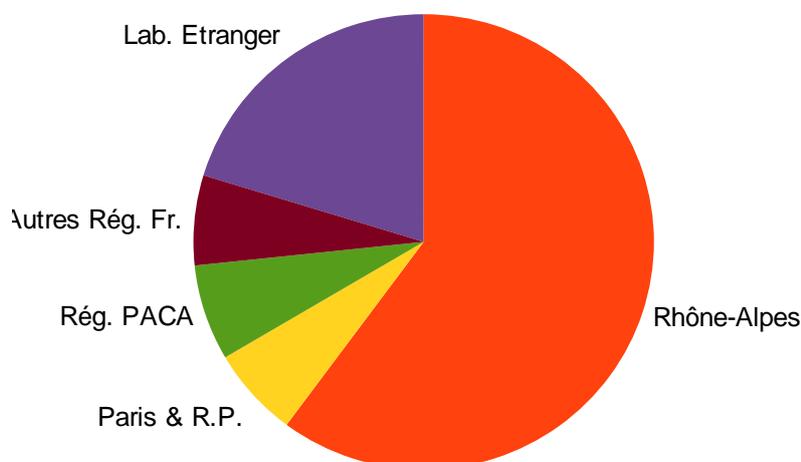


Figure 5 : Répartition par origine géographique des utilisateurs (proposeur et co-proposeurs ayant participé aux expériences) de la ligne CRG-IF BM32 à l'ESRF au cours de l'année 2014 (mars 2014-mars 2015) sur le temps français et international. (surface=utilisateur*temps)

l'instrument de micro-diffraction Laue (figure 2). En 2014, celui-ci a accueilli la majeure partie des expériences acceptées sur les comités internationaux. Le nombre d'expériences sur l'instrument INS a été volontairement réduit cette année afin d'installer les nouveaux diffractomètre et chambre de préparation du projet INS2 de jouvence financé par l'EquipeX. Les utilisateurs français et étrangers composant les équipes menant les expériences officielles proviennent approximativement pour les $\frac{3}{4}$ de France et $\frac{1}{4}$ d'Europe (dont la majorité d'Allemagne). La forte proportion d'utilisateurs français (figure 3 et 4) s'explique par l'accueil d'expériences impliquant des laboratoires français acceptées par le comité international.

2. Développements méthodologiques et instrumentaux

2.1 Projet EquipeX CRG/F : INS2

Un élément majeur du projet EquipeX CRG/F, nommé INS-2, consiste à développer un nouvel ensemble diffractomètre + chambre ultra-vide pour remplacer le cœur de l'instrument INS. L'équipe projet est constituée de Gilles Renaud et Olivier Ulrich du CEA/INAC; de Dominique Grand et Philippe Jeantet du CNRS/SERAS, de Olivier Geaymond et Maurizio de Santis, de l'Institut Néel / CNRS et de Frédéric Boudaa, un ingénieur de recherche en CDD de 18 mois financé par le projet.

Les principes guidant ce projet sont:

- 1- Une ***chambre ultra-vide plus versatile***, se rapprochant encore plus d'une MBE, comportant un grand nombre de sources et d'instruments de caractérisation, permettant de minimiser les ouvertures/étuvages et offrant de nouvelles possibilités d'élaboration;
- 2- Une facilité de ***couplage des trois techniques principales - GISAXS, GIXD et Réflectivité*** - pour caractériser les nanomatériaux durant leur élaboration, en les améliorant;
- 3- ***Une accélération de l'acquisition de données*** afin d'étudier des croissances (de boîtes quantiques, de nanofils etc....) par MBE ou CVD en temps réel, à l'échelle de la seconde, c'est-à-dire 10 à 100 fois plus rapidement qu'auparavant.

2.1.1 Réalisation

L'ensemble de l'instrument INS2 comprenant la définition du faisceau, la chambre ultra-vide et ses outils, le diffractomètre et l'ensemble de détection est représenté sur la figure 1. Cet ensemble comporte de nombreuses améliorations originales comparé à l'ancien instrument INS.

Dans le cadre de ce projet, 3 appels d'offre ont été lancés :

- Un pour le **diffractomètre** pour lequel la firme française Symétrie spécialiste des hexapodes a été retenue en octobre 2013. La proposition de symétrie l'a emporté sur celle de micro-contrôle principalement du fait d'une bien meilleure prise en compte des spécificités de cet instrument, telles qu'un accès aisé à la chambre UHV et à ses équipements.

- Un second pour **la chambre UHV** pour lequel la firme Materion-Electrofusion en Californie a été retenue. Elle est seule à maîtriser les technologies requises pour la soudure d'un film mince de béryllium sur une enceinte aussi complexe.

- Un troisième pour le **détecteur 2D à pixels hybrides** La firme suisse Dectris, étant la seule à avoir répondu, a été retenue en Janvier 2015. Sa livraison est prévue pour juin 2015. Il s'agit d'un détecteur 2D de type pixels hybrides comportant 1 million de pixels de 75x75 μm^2 (Détecteur Eiger 1M R).

2.1.2 Diffractomètre

Le support et l'alignement de l'échantillon sont réalisés par un hexapode conçu et fabriqué par la société Symétrie. L'hexapode doit, en sus, entraîner un passage tournant à pompage différentiel permettant de transmettre en ultra-vide une rotation azimutale de l'échantillon de haute précision.

Le diffractomètre (Fig. 2), est lui aussi très original. Tout en respectant un cahier des charges très strict (grande précision sur tous les mouvements, faible sphère de confusion des axes, grandes vitesses), il a une géométrie complètement adaptée à l'insertion de la chambre et ses instruments.

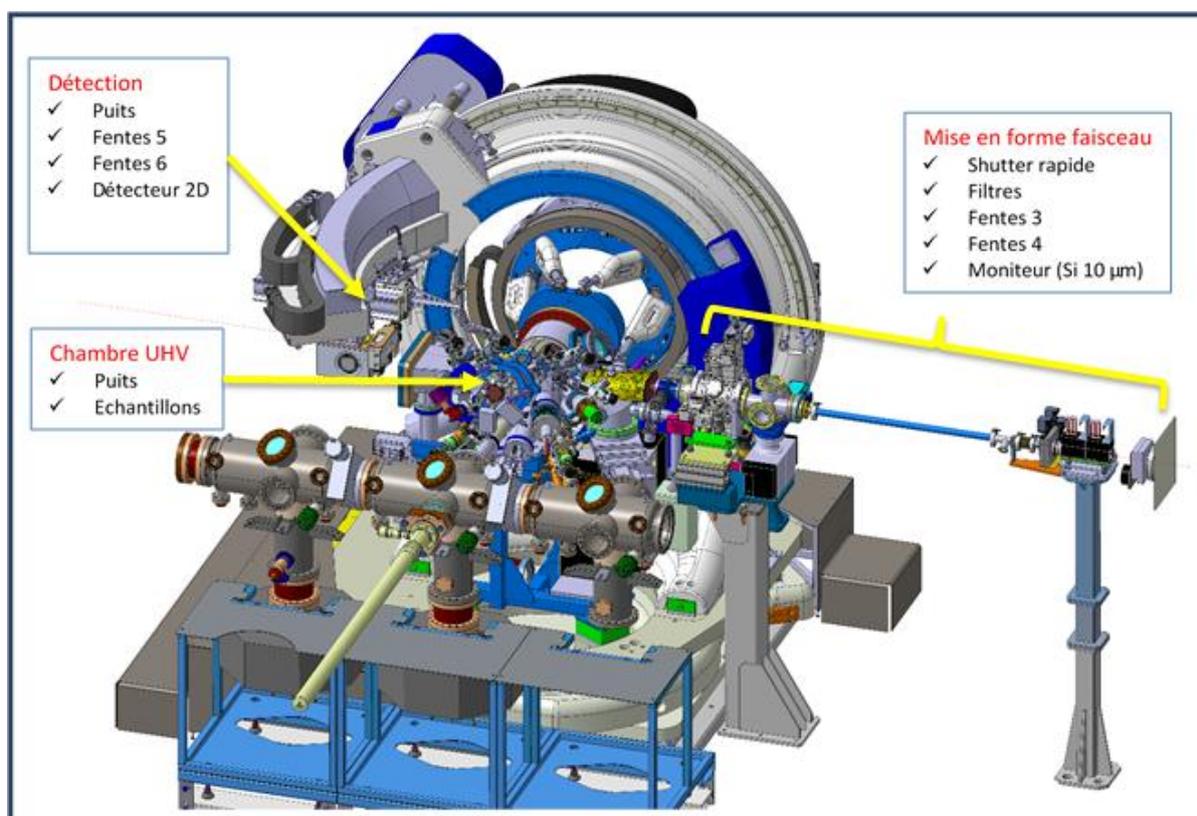


Figure 1 : Représentation en CAO de l'ensemble du futur instrument INS2 d'étude in situ des surfaces, interfaces et nanostructures par diffraction/diffusion X aux petits et aux grands angles, en UHV, durant l'élaboration par MBE et/ou CVD. Le faisceau arrive du coin inférieur droit. Il rentre dans la chambre via une fenêtre de Be monocristalline, fixe, suivie de fentes d'anti-diffusion en ultra-vide. Un large soufflet permet ensuite une rotation de l'ensemble chambre +diffractomètre permettant de définir l'angle d'incidence du faisceau par rapport à la surface de l'échantillon. Celui-ci, au cœur de la chambre, est orienté par les six mouvements d'un hexapode plus une rotation azimuthale goniométrique transférées en ultra-vide via un grand soufflet et un passage tournant à pompage différentiel. La chambre comporte un grand nombre de piquages pouvant recevoir différentes sources et outils de caractérisation. Elle comporte une grande fenêtre de béryllium laissant sortir les rayons X diffusés/diffractés aux grands angles. Autour de l'axe du faisceau direct est placé un long tromblon terminé par une large fenêtre de Be qui permet des mesures aux petits angles avec une résolution accrue. Le bras détecteur permet d'orienter des détecteur bidimensionnels de type pixel (Maxipix de l'ESRF ou Eiger financé par l'EquipeX).

Lors de la maintenance, l'accès au cœur de la chambre UHV est facilité par la possibilité de mise en retrait de l'ensemble hexapode-support échantillon par le biais d'un système escamotable qui permet de le repositionner ensuite avec précision. L'accès aux instruments connectés à la chambre UHV est aussi facilité par la géométrie du diffractomètre qui dégage un espace suffisant pour permettre une intervention aisée d'un opérateur.



Figure 2 : (Gauche) Vue du diffractomètre réalisé par la société Symétrie, permettant de positionner et d'orienter par rapport au faisceau, la chambre (grande rotation de base α , d'axe vertical), l'échantillon dans celle-ci (6 mouvements d'alignement par hexapode et un mouvement de rotation goniométrique d'axe horizontal), et l'ensemble de détection (rotation δ d'axe horizontal, et β d'axe perpendiculaire), avec les principales spécifications suivantes: - accès facile à la chambre; grandes vitesses 20°/sec; sphères de confusion 50 μm échantillon et 100 μm détecteur; hexapode 1 μm ; 0.001°; rotations 0.001°.

(Droite) Diffractomètre en cours d'installation sur la ligne (mars 2015)

La livraison du diffractomètre est en voie de finalisation et respecte le planning prévisionnel. Suite à la validation par l'équipe projet de la recette usine en février 2015 sur le site de Symétrie, le montage et l'installation de l'instrument sur la ligne BM32 ont commencé début mars 2015 (Fig. 2 droite). Le diffractomètre sera réaligné, re-testé et les résultats de mesures devront respecter les spécifications du cahier des charges pour permettre une livraison fin mars 2015.

2.1.3 Chambre UHV

Beaucoup d'améliorations notables sont aussi apportées à la nouvelle chambre UHV (Fig. 3) comparée à l'ancienne. Une attention particulière a été portée à la limitation du bruit de fond induit aux petits angles par la diffusion par les fenêtres positionnées sur le trajet du faisceau. La fenêtre béryllium d'entrée est à présent fixe, monocristalline et éloignée de la chambre UHV. Elle est suivie de fentes compatibles en ultra-vide pour parfaire l'élimination du fond diffus, puis d'un long soufflet permettant d'accommoder le mouvement de définition de l'angle d'incidence (Fig. 4).

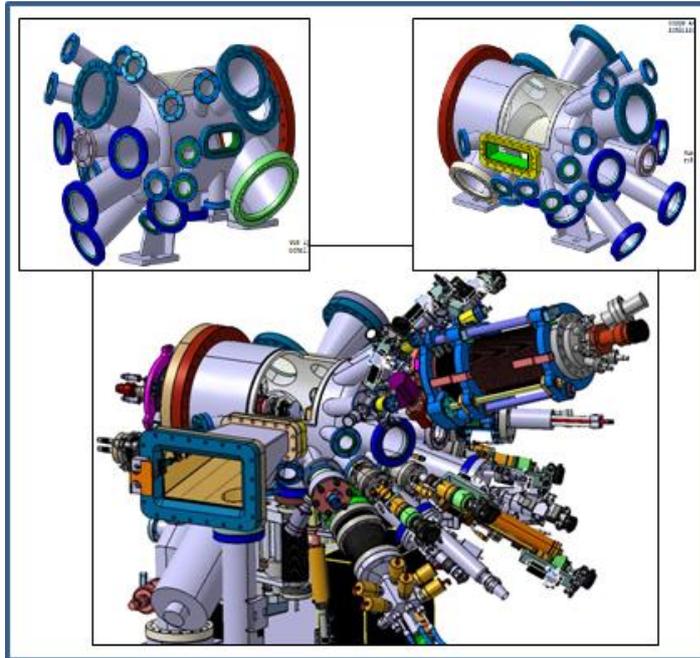


Figure 3 : CAO 3D de la chambre UHV nue (en haut) et avec ses instruments connectés (en bas)

Deux fenêtres de béryllium sont prévues en sortie. L'une pour la diffraction aux grands angles et l'autre pour la diffusion aux petits angles (GISAXS et réflectivité). Cette dernière fenêtre est également éloignée de la chambre, ce qui permet d'éloigner le « puits » d'arrêt du faisceau direct, diminuant ainsi drastiquement l'angle mort de part et d'autre de l'origine, et donc d'augmenter significativement la taille des objets étudiés (Fig. 5).

La chambre ultra-vide avec ses fenêtres de béryllium soudées par bombardement électronique, cœur de l'instrument, est en cours de finalisation par la firme Materion /Electrofusion en Californie.

La plupart des sources d'épitaxie par jets moléculaires et des instruments développés au cours des années précédentes pourront être montés simultanément sur la chambre ultra-vide, plus grande que la précédente de même que des outils supplémentaires tels que des écrans pour le faisceau X diffusé ou pour les jets moléculaires, des pyromètres couvrant toute la gamme de température de 500 K à 1800 K ou encore des outils de polarisation de l'échantillon. Nous réutiliserons le four développé ces dernières années, qui donne entière satisfaction. Un panneau froid a également été rajouté à l'intérieur de la chambre UHV pour se rapprocher encore plus d'une MBE standard.

La chambre ultra-vide avec sa fenêtre de Be doit être livrée courant avril 2015. Son vide

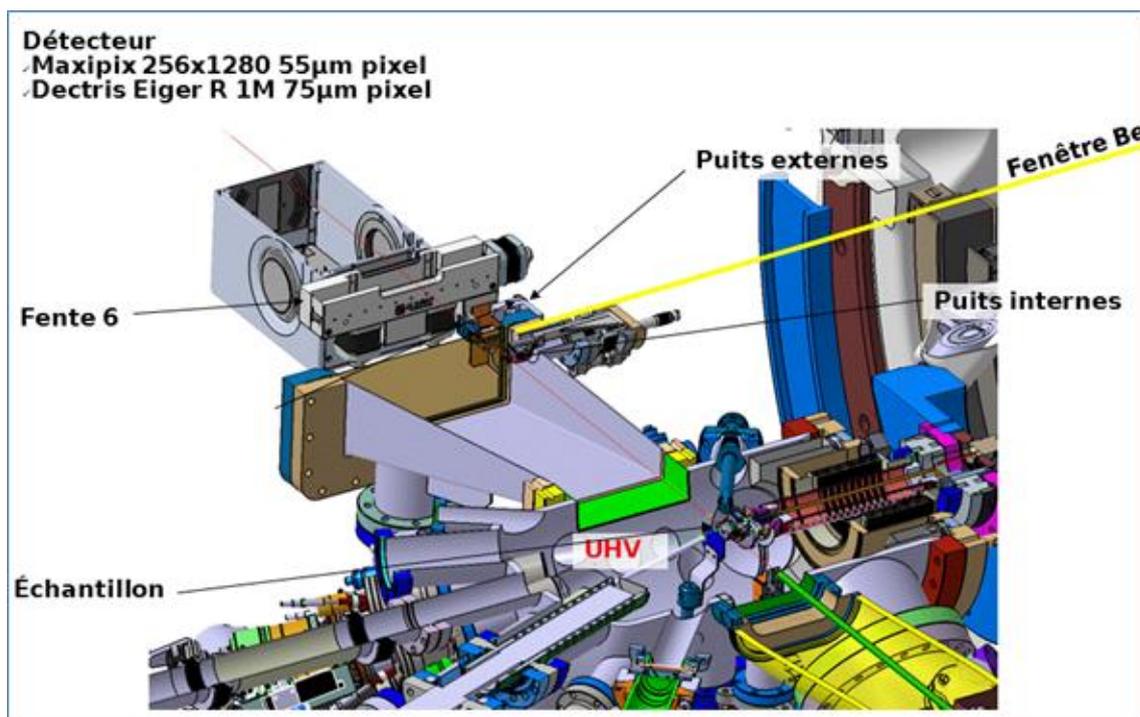


Figure 4: Représentation en CAO 3D de l'entrée du faisceau dans ma chambre ultra-vide: fenêtre de Be monocristalline fixe en entrée, suivie des fentes d'anti-diffusion, d'un moniteur diode monocristalline puis d'un soufflet oblong autorisant la rotation de ma chambre (et du diffractomètre) par rapport au faisceau. Une conductance permet un pompage différentiel entre la chambre et l'enceinte des fentes d'entrée.

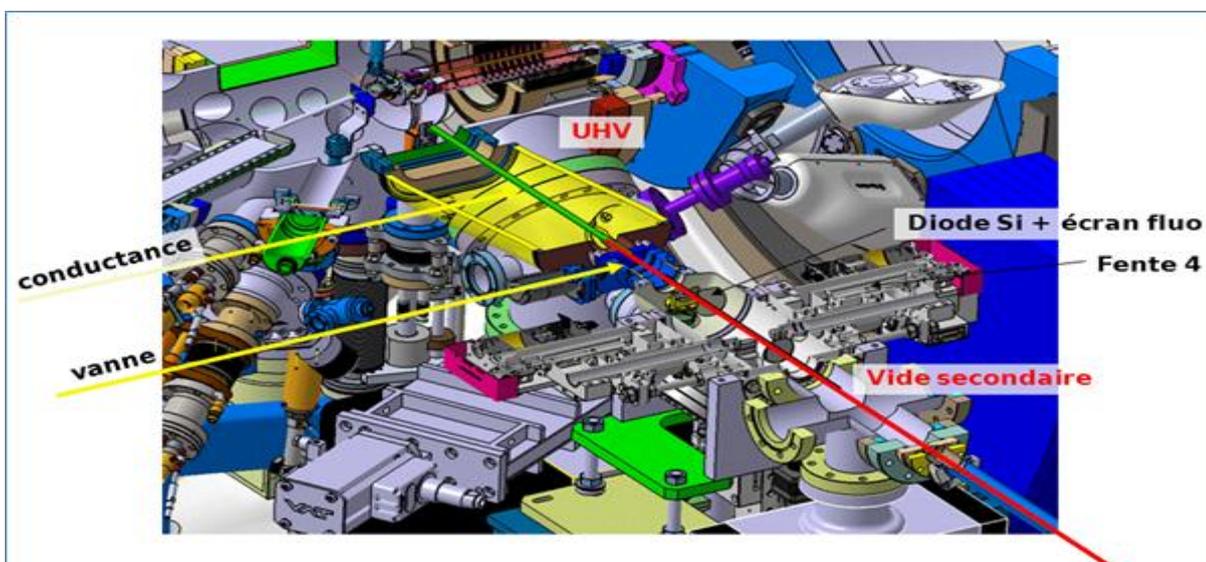


Figure 5 : représentation en CAO 3D de la sortie du faisceau aux petits angles: tromblon de 0.5 m permettant d'éloigner la fenêtre de Be de sortie (qui diffuse aux petits angles) et donc le puits, améliorant ainsi la résolution aux petits angles et augmentant la taille des objets pouvant être étudiés. Sont aussi représentés les fentes devant le détecteur et un détecteur maxipix 2D, porté par le bras détecteur (non représenté), et orienté grâce à trois rotations (α , β et δ).

limite sera testé après étuvage et s'ensuivront des mesures tridimensionnelles au SERAS du CNRS, avant son intégration au diffractomètre, et le remontage de tous les instruments à la fin du mois de mai 2015. Les premières expériences test sont planifiées pour juillet et une ouverture progressive aux utilisateurs est prévue à l'automne. Quelques propositions extérieures ont déjà été déposées, sur les 2 comités, SOLEIL et ESRF.

2.2 Goniomètre multitechnique

Le développement à moyen terme du goniomètre multi-technique porte sur l'acquisition de données à l'aide d'un détecteur à deux dimensions de type détecteur pixel pour l'enregistrement à la fois des diagrammes de diffusion aux petits angles en incidence rasante (GISAXS) et de la cartographie de l'intensité du réseau réciproque. Cette année, du temps propre (IHR) a servi notamment à évaluer un détecteur 2D pixel CdTe adapté aux photons de haute énergie (18 – 30 keV) qui constituent un point fort de l'instrument pour l'études des interfaces enterrées (solide-solide, solide-liquide). La facilité d'usage, la robustesse, le bruit de fond, la rapidité et l'efficacité sont en cours d'étude.

2.3 Microdiffraction Laue

2.3.1 *Développement instrumentaux*

Des améliorations ont été apportées cette année à l'instrument.

1- Un système de **patins à coussins d'air** (conception SERAS) a été ajouté sous le châssis pour faciliter les échanges entre les deux instruments (goniomètre GMT et micro-Laue) qui partagent la même cabane expérimentale GMT. Il permet de réduire considérablement les risques de dégradations lors de la manutention.

2- La **translation latérale du faisceau** sur l'échantillon à l'aide des hexapodes des miroirs KB a été amplement testée grâce à une collaboration avec les équipes de l'ANR-MECANIX. L'échantillon maintenu fixe, il est possible d'en balayer une zone de 160x60 μm (en X x Y) en conservant la largeur optimale du faisceau (0.4 x 0.5 μm). Le balayage du faisceau (par opposition au déplacement usuel de l'échantillon) est indispensable pour cartographier les échantillons ne supportant pas les accélérations, par exemple les micro-objets en cours de test mécanique (compression de pilier de l'équipe de C. Kirchlechner *et al*, et flexion de nanofil par l'équipe de T. Cornelius *et al.*, voir le fait marquant Leclere *et al*). Actuellement le balayage du faisceau nécessite 2 secondes par mouvement. Le passage à une version plus récente des contrôleurs (livraison prévue en 2015) devraient permettre d'accélérer ces balayages.

3- La platine X du microscope optique d'alignement a été rallongée (dans le cadre de l'ANR MicroStress) pour permettre l'utilisation d'un deuxième microscope en alternance avec le premier. Ce **microscope supplémentaire** (acheté via le laboratoire ENSAM - PIMM) est optimisé pour l'imagerie visible de surface **à grand champ** (0.7 mm) avec un grossissement 20X. Ce microscope permet de suivre les champs de déplacement x y (et éventuellement z par un scan) en surface de l'échantillon, au cours d'un essai de déformation plastique. Ceci permet d'un part de mesurer la déformation macroscopique totale (pour les petites déformations d'au moins ~0.25%), et d'autre part de caractériser le champ de déformation plastique (à partir de 0.5%) dans une structure hétérogène (ex : polycristal). Le nouveau microscope est facilement démontable pour une utilisation hors faisceau, avec une table et crémaillère manuelle dédiées. Le logiciel CorrelManuV pour l'analyse des champs de déplacement par corrélation d'images (DIC), en version démonstration sera acheté en 2015.

4- La stabilité en position du microfaisceau en période hivernale a été obtenue grâce à la définition de la consigne de la climatisation de la cabane adaptée à la température du hall expérimental (typiquement 21°C l'hiver et 25°C l'été) et une meilleure circulation de la chaleur produite par les équipements (variations maximales de 0.1 °C sur 24h)

2.3.2 *Développement logiciel et analyse de données*

Plusieurs outils et fonctionnalités portant sur les interfaces graphiques et les algorithmes ont été ajoutées ou améliorées pour répondre aux demandes spécifiques ou générales des utilisateurs. La suite *LaueTools* est disponible sur internet sous forme de paquetages (tous les six mois environ) ou dans le dernier état de développement (à l'aide d'un outil de versionnage de codes):

- Interface *PeakSearch*:

- Superposition de l'image du diagramme de Laue et des pics provenant de la recherche automatique, du résultat de l'ajustement de la maille, ou de la même phase dans un état autre état de déformation/orientation)

- Elimination d'une liste de pics prédéfinie (pics provenant du substrat (Si,Ge ou Al₂O₃), ou pics d'un autre grain)

- Affichage des angles de diffraction (2θ , χ) des coordonnées en pointant la souris sur l'image (aide à estimer rapidement des distances angulaires entre pics ou élargissement de pics)

- Interface de calibration:

- Réglage très ergonomique de l'orientation du cristal à l'aide de la souris

- Cartographies d'orientation et déformation :

- Quelques composantes de rotation et de déformation peuvent être déduites rapidement à partir du monitoring de 2 ou 4 spots

- . Les analyses à 4 spots permettent d'obtenir des informations sur l'état de déformation dans des cristaux très écrouïs (cas de déformations de la maille $> 10^{-3}$)

- Relecture et affichage des cartographies standards EBSD / ACOM-TEM dans les mêmes axes que les cartographies micro-Laue

- Méthode Rainbow (monochromateur diamant en transmission) :

Codes et algorithmes pour l'analyse et la stratégie de collecte des données ont été remis en forme de façon à faciliter leur emploi par les utilisateurs. En particulier les étapes de calibration du monochromateur ont été simplifiées et fournissent des abaques de prédiction des énergies atténuées en fonction de l'angle du cristal de diamant très pratiques.

- Documentation du code :

- La page web du projet LaueTools opensource a été adaptée suite à une mise à jour du l'hébergeur sourceforge :

- <http://sourceforge.net/p/lauetools/lauetoolswiki/Home/>

- <http://sourceforge.net/p/lauetools/lauetoolswiki/LaueTools%20Documentation/>

- De plus une documentation html de l'interface graphique est disponible dans <http://sourceforge.net/p/lauetools/code/HEAD/tree/trunk/Documentation/html/>

- Enfin le chapitre dans le livre RX et matière 2013 (en cours d'édition) rappelle les grandes lignes du code et les stratégies d'analyse.

3. Activité scientifique

3.1 Activité générale

3.1.1 : Nanostructures In Situ sur Surfaces (INS)

L'année 2014 a été la dernière année d'utilisation de l'instrument d'étude in situ de nanoobjets durant leur élaboration sur des surfaces (INS) avant son remplacement par le nouvel instrument INS2. L'instrument a été arrêté fin novembre 2014, puis démantelé en décembre.

Les dernières expériences réalisées ont été conduites par:

-Des équipes extérieures:

-**Guillaume Beutier *et al.*** du laboratoire SIMAP ont étudié la structure de la couche de mouillage restant à la surface lors du démouillage de couches de cuivre sur tantale. L'analyse est en cours.

-**Laurent Bardotti *et al.*** ont étudié l'organisation de nanoparticules de CoPt préformées sur des surfaces vicinales d'Au(677). L'analyse est en cours.

-une équipe du FHI-Stuttgart (**T. Schroeder *et al.***) a utilisé la croissance *in situ* de germanium par UHV-CVD à l'aide de digermane (Ge_2H_6) afin d'étudier la contrainte/déformation réciproque induite par les débuts de croissance de Ge sur des nanoplots de Si réalisés de façon organisée sur Si(001) par lithographie électronique.

-L'équipe SIN de l'Institut Néel (CNRS)

- l'équipe SIN (**M. De Santis**, H. Tolentino, A. Y. Ramos A. Lamirand, S. Grenier) a utilisé 18 shifts de temps IHR pour la poursuite de l'expérience acceptée par le comité français 32-03-718 sur l'élaboration de jonctions tunnel magnétiques (MTJs) composée de plusieurs couches d'oxydes épitaxiées. Ces études sont en particulier focalisées sur la magnétite (Fe_3O_4) car ses propriétés de semi-métal semblent bien adaptées à leur emploi dans les MTJs. Il a été montré qu'on peut obtenir des multicouches épitaxiées de $\text{CoO}/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}(001)$ et de $\text{MgO}/\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{Ag}(001)$ avec une excellente qualité cristalline et des interfaces abruptes mais avec une contrainte résiduelle et une distorsion tétragonale. Ces couches sont les éléments de base pour réaliser des MTJs formée d'oxydes seulement.

-Des équipes en collaboration avec l'équipe SIN

-A. Abisset, A. Bailly, **M.-C. Saint-Lager** (Institut Néel) et Y. Soldo (LEPMI), ont effectué des études sur la structure et la croissance de nanoparticules d'or et d'alliage Au-Pd sur TiO₂(110) (expérience HC 1451). L'objectif de cette expérience été de déterminer la taille et la structure des particules d'or et les combiner avec une mesure *in-situ* de réflectivité différentielle dans le domaine ultraviolet pour en étudier les excitations plasmoniques.

- Les chercheurs de l'institut Néel (**A. Ramos**, M. De Santis, S. Grenier, H.C.N. Tolentino, A. Lamirand, D. Givord), en collaboration avec une équipe brésilienne (V. Barthem, de l'université Fédéral de Rio de Janeiro) ont élaboré et étudié la structure d'une couche ultramince de Mn₂Au en épitaxie sur Pt (expérience 32-03-725). Mn₂Au est un antiferromagnétique avec une température de Néel extrêmement élevée. Les calculs de densité d'états électroniques en fonction de l'orientation de spin montrent que ce matériau est très intéressant pour les applications d'anisotropie dans la magnétorésistance tunnel (TAMR). La maîtrise de la croissance de couches ultraminces monocristalline de bonne qualité est un pas essentiel pour les applications dans l'électronique de spin.

- L'expérience HC-914 a été l'objet d'une collaboration entre le MPI de Halle (**M. Przybylski**, P. Kuswik, L. Gastelois), l'Institut Néel (H. Tolentino M. De Santis, A. Y. Ramos A. Lamirand) et M. Soares de l'ESRF. Il s'agit d'une étude de la croissance, de la structure et des contraintes d'épitaxie dans le système à couplage d'échange CoO/Ni/Pd(001). Dans ce système on observe une transition de réorientation de spin, à une épaisseur critique qui dépend de l'état – paramagnétique ou antiferromagnétique – de la couche de CoO. Ce phénomène a des applications intéressantes en perspective dans le domaine de l'électronique de spin.

-La poursuite des études de croissance de nanofils *in situ* par l'équipe locale CEA dans le cadre de la thèse de T. Zhou (Renaud HC-915). En 2014, nous avons mis au point une expérience de courbure *in situ* de nanofils de Si avec une croissance préalable par UHV-CVD, à l'aide de dépôt MBE orienté sur un côté. La différence de paramètre de maille ou de tension de surface engendre une tension d'interface qui courbe les fils. Une mesure de l'intensité diffractée permet de déterminer cette courbure, puis, grâce à un modèle élastique, de remonter à la tension d'interface. Cette étude est plus précisément décrite ci-dessous sous la forme d'un fait marquant.

-Des équipes en collaboration avec l'équipe locale CEA

-**S. Vlaic**, Coraux *et al.* , HC-917 ont étudié la structure de couches 2D de silice sur Ru(0001)

-**G. Saint-Girons et al** ont étudié les premiers stades de la croissance de SrTiO_3 sur des surfaces de GaAs passivées Ti. L'analyse est en cours.

-**F. Tournus et al** ont étudié la croissance organisée sur le moiré de graphène sur Ir(111), de nanoparticules de FePt préformées. L'analyse est en cours.

-Une équipe du CEA/INAC (**E. Bellet-Amalric et al**) a étudié la structure et les reconstructions observées durant les tous premiers stades de l'épitaxie de d'îlots d'or sur ZnTe, précurseurs à la croissance de nanofils. L'analyse est en cours.

3.1.2 : Goniomètre Multitechnique & Laue Micro-diffraction

Les deux instruments fonctionnent en alternance en se partageant le temps de faisceau : un tiers pour le goniomètre et deux tiers pour l'installation de micro-diffraction.

Principaux faits de l'activité de l'équipe locale :

Sur le temps propre à l'équipe locale, des mesures de déformation à l'échelle du micromètre dans des membranes très déformées de Ge sur Si en micro-diffraction Laue ont été effectuées. Des résultats ont été rapidement publiés dans Nano Letters. D'autres sont en cours de comparaison avec d'autres mesures déterminant la déformation, de manière partielle, par spectroscopie Raman en laboratoire de microélectronique ou diffraction monochromatique sur ID01 à l'ESRF.

La ligne est aussi fortement impliquée dans deux projets PHARE du CEA: "Ge déformé" et "PZT", impliquant un postdoc, Samuel Tardiff et un membre du LETI (P. Gergaud).

L'équipe a proposé 2 projets ANR cette année, l'une visant à contrôler les mécanismes de la fracture dans le Si implanté (GOCIM) et l'autre à développer le DAXM par l'étude de la fatigue mécanique dans les MEMS (XMicroFatigue).

Les expériences menées en 2014 (mars 2014-mars 2015) acceptées par les comités de programmes ont été conduites par:

J.B. Marijon (μ Laue), en thèse à l'ENSAM et co encadré par O. Robach (ANR MicroStress), et al. ont poursuivi la mise en œuvre et l'amélioration de la méthode permettant de déterminer la profondeur du point d'origine des rayons diffractés (Differential Aperture X-ray Microscopy, DAXM). L'orientation horizontale du porte-masque plutôt qu'une inclinaison à 40° parallèle à la surface de l'échantillon est définitivement adoptée. Elle permet en effet d'envisager l'emploi de plusieurs fils simultanément (N=4 actuellement et N=12 à l'avenir) et de bénéficier d'une résolution en profondeur constante quelle que soit la position du fil au

cours de son déplacement. Un article est en cours d'écriture indiquant les performances de la technique implémentée sur BM32 et seulement pratiquée à l'APS (Etats-Unis) sur une branche de la ligne 34-ID.

E. Plancher (μ Laue), en thèse Mines-St-Etienne & EDF de l'ANR MicroStress, et al. ont comparé le champ de déformation macroscopique obtenu par corrélation d'image (DIC) au champ de déformation microscopique sur deux bicristaux d'acier 316L à différentes étapes de flexion imposée par une machine 4 points conçue spécialement pour les mesures *in situ* en micro-diffraction Laue. L'objectif de l'expérience était de collecter simultanément le champ de déformation plastique et le champ de déformation élastique et d'orientation cristalline, en vue de comparer les résultats avec ceux de simulations mécaniques, d'images SEM post-mortem, de cartographie des rotations et déformations par EBSD haute résolution. L'analyse du micro Laue sera effectuée par la technique Laue-DIC qui permet d'obtenir de meilleures précisions.

-Expériences officielles : équipes en collaboration avec l'équipe locale

Eymery et al. (GMT) ont mené des mesures de déformation et de défauts d'empilement dans les nano-fils d'InAs sur Si, ainsi que des paramètres du réseau de dislocations à l'interface. Ces objets élaborés par un procédé original d'IBM Zürich reposant sur un template à base de nanotubes font partie du développement de transistor FET à base de nano-fils III-V par l'équipe mixte NPSC CEA-CNRS.

Bailly et al. (GMT) suite à une succession de problèmes techniques sur leur *réacteur* de catalyse, ont décidé d'effectuer seulement la partie de leur expérience consacrée à l'ultra-vide en utilisant l'instrument INS. L'effet structural et morphologique de l'hydrogène sur les nanoparticules d'or-palladium déposé sur TiO₂, en fonction de la concentration en Pd dans les nanoparticules a été étudié.

Cornelius et al. (μ Laue) ont pratiqué des tests mécaniques sur des nano-fils à l'aide d'un montage AFM conçu pour être fixé sur des lignes de lumière. Grâce au microfaisceau blanc, ils ont pu mesurer *in situ* la courbure du réseau cristallin en fonction la charge appliquée pour évaluer le comportement mécanique des matériaux à l'échelle micro et nanométrique.

Mercury et al. (GMT) en collaboration avec F. Rieutord ont utilisé la réflectivité des rayons X de haute énergie (27 keV) sur des nano-canaux synthétiques, creusés dans le silicium, au cours de leur remplissage par l'écoulement capillaire d'un fluide. Plusieurs géométries de canaux ont été étudié ainsi plusieurs compositions de la solution injectée pour

mettre en évidence la compétition entre les forces opposées de capillarité et de pression. Les premières analyses permettent de l'observer la progression du fond d'imprégnation des canaux par la variation de la hauteur des canaux.

- Expériences officielles : équipes extérieures:

Fernandez et al. (GMT) ont suivi in situ par réflectivité X la croissance d'une couche amorphe poreuse et imperméable de SiO₂ lors de la dissolution d'un silicate. La variation de la densité électronique devrait permettre de mieux comprendre le mécanisme de formation de cette couche et son éventuelle densification pouvant expliquer le freinage des réactions de carbonatation et de la séquestration à long terme du CO₂.

Hall et al. (μLaue) ont cartographié un polycristal de Sn à partir duquel croissent des whiskers. Le but était de relier la microstructure (orientation, localisation des joints de grains, présence d'un intermétallique) et l'état de contraintes à la base des whiskers aux mécanismes favorisant leur croissance. Des mesures DAXM ont été effectuées dans les grains près de la racine d'un whisker pour dresser une carte des gradients des déformations à l'origine éventuelle de la force motrice de la croissance.

Bardelli et al. (μLaue) ont mesuré les diagrammes de diffraction Laue sur des microfibrilles d'amiante en contact avec différents tissus. L'objectif est d'établir la relation entre l'apparition du désordre structural et la nocivité biologiques de ces objets complexes (gerbes de fibres potentiellement maclés).

Kirchlechner et al. (μLaue), utilisateurs récurrents sur l'instrument de micro-diffraction Laue depuis plusieurs années ont conduit deux expériences cette année. La première a consisté à étudier l'interaction entre les dislocations et un joint de grain. Des cartographies Laue sur un pilier comprimé in situ permettent de localiser les dislocations et leur nombre au cours de leur déplacements ou accumulation. La seconde s'est portée sur l'étude des propriétés mécaniques d'une « gomme métallique » Ti-Nb. Pour ce nouveau type de matériau, les mécanismes de déformation conduisant à la superplasticité sont très mal compris. À l'aide d'une micro compression in situ, les utilisateurs ont suivi l'évolution globale des diagrammes de Laue afin de distinguer la contribution des mâcles, des murs de dislocations et des transformations de phase à la déformation d'un pilier.

Guinebretière et al. (μLaue) ont étudié les déformations à l'échelle du grain par micro-diffraction Laue dans les polycristaux réfractaires à base de zircone. Ces matériaux ont subi en fonction de l'histoire thermomécanique au cours de leur élaboration des transitions de phases et de la plasticité hétérogènes.

Boulle et al. (μ Laue) ont entrepris d'étudier la transition métal-isolant, induite par un courant électrique ou par une hausse de la température, d'un film mince de VO_2 (monoclinique \leftrightarrow quadratique) dans le cadre de la compréhension fondamentale de la nature de cette transition (Peierls ou Mott) pour son utilisation prometteuse dans les mémoires résistives. Les dépôts de 100 nm épitaxiés sur saphir par évaporation n'ont toutefois donné aucun signal en raison d'une taille de grain trop petite, nanométrique et/ou un désordre cristallin trop important. Les utilisateurs travaillent actuellement à élaborer d'autres dépôts permettant de mettre en évidence le signal du film et sujets aux transitions de phase.

Vita et al (GMT) ont obtenu des spectres de réflectivité et des diagrammes GISAXS sur des nanostructures de copolymère à blocs (PS-b-PMMA). Ces systèmes devraient permettre d'atteindre des masques pour la microélectronique pour des tailles de grille de 22 nm grâce à des structures auto-assemblées. Les conditions d'auto-organisation, le degré d'ordre et le diagramme de phase des nanostructures en fonction de la composition et des conditions de d'élaboration sont des paramètres clés à contrôler.

Biquard et al (GMT) ont étudié la nature de l'interface HgTe/CdTe qui conditionne les propriétés électroniques du film isolant topologique de HgTe (résistant en volume et conducteur en surface) ayant des applications possibles pour l'électronique de spin. Grâce à des mesures de réflectivité et de diffraction anormale (à plusieurs énergies), l'effet de la rugosité de l'interface, de l'interdiffusion, et de l'état de déformation du film a été mesuré en fonction de l'épaisseur du film et les conditions de préparation.

Bleuet et al (μ Laue) ont suivi l'évolution structurale de lignes d'interconnexion de Cu au cours de l'électromigration. Le processus de dégradation de la ligne (qui aboutit à la formation de 'voids' jusqu'à la rupture) est encore mal connu et la constante de temps longue. C'est pourquoi une série d'échantillon (différentes conditions de chargement électrique, et dimensions) a été pendant 6 mois caractérisée à l'aide du microfaisceau blanc à 5 reprises.

3.2 Sélection de faits marquants

3.2.1 In situ Nanostructures on Surfaces (INS)

In situ Nanowire Bending Experiments

T. Zhou, G. Renaud, F. Boudaa

UGA, CEA-INAC

The *in situ* nanowire (NW) bending experiment is the result of our latest attempt to combine *in situ* X-ray diffraction with our Chemical Vapor Deposition (CVD) equipment, following our

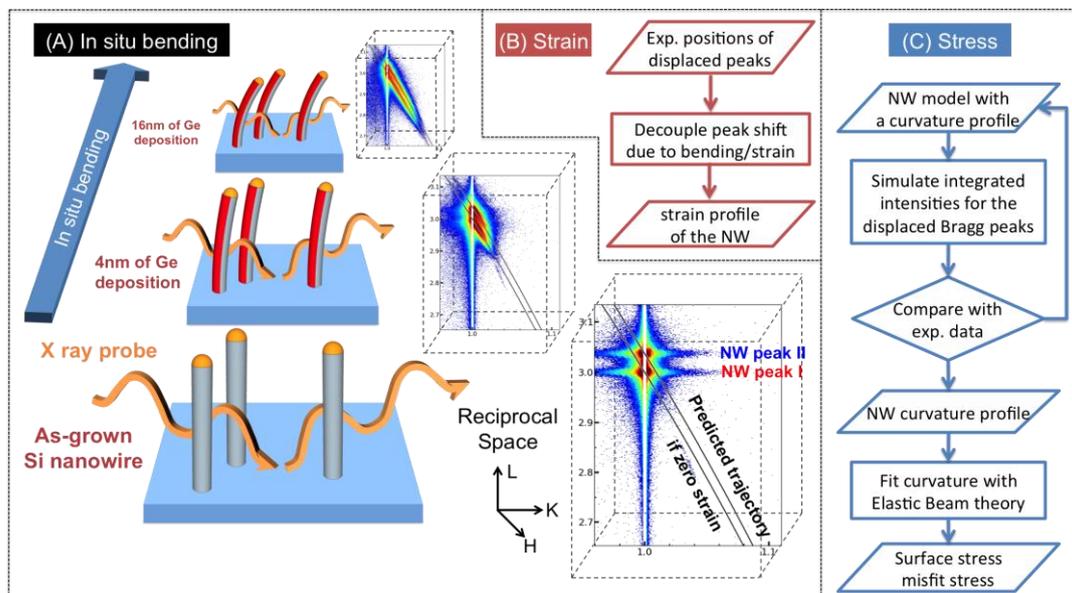


Figure 1: (A) Schematics of the bending experiment and process flow chart of the analysis routine used for retrieving (B) strain and (C) stress information from the diffraction data.

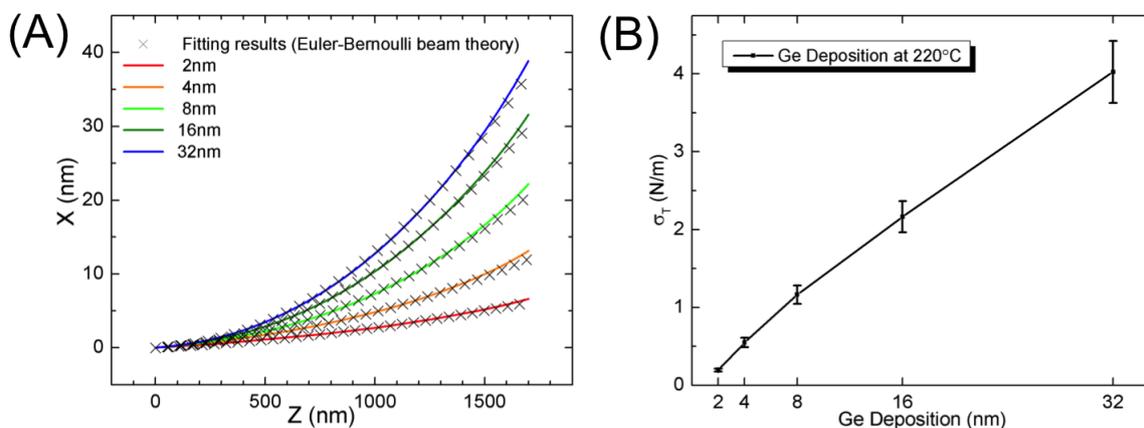


Figure 2: (A) Reconstructed NW shape based on integrated intensities of the displaced Bragg peaks. In the figure is shown the deflection of the neutral surface X as a function of Z in the principle plane of bending for Si NW with 2, 4, 8, 16, 32nm of Ge deposition respectively. The black crosses are best-fit results using Euler-Bernoulli beam theory for a tapered NW. (B) The extracted total stress as a function of Ge deposition at 220°C.

previous work on *in situ* NW growth (2012) and strain analysis in core-shell NWs (2013). The bending was induced by depositing a second material (with Molecular Beam Epitaxy) on one side of the NWs and was measured solely by X-ray diffraction techniques. The strain profile along the longitudinal direction of the NWs was obtained by analyzing the position shift of the displaced Bragg peaks whereas the total stress applied on the NWs was deduced by fitting the NW curvature, retrieved from integrated intensities of the displaced Bragg peaks, with a formula based on classic beam theory.

Case study: bending Si NWs with Ge deposition

Among all the materials we have studied, Ge deposition on Si NWs is probably the most intriguing case. With the analysis method described briefly in (Figure 1), we were able to reconstruct the bended shape of the NWs (Figure 2A), and to retrieve the related strain and stress (Figure 2B) information. The reconstructed shape agrees well with our *ex situ* Electron Microscopy observations (Figure 3). Our findings indicate that the bending induced by Ge deposition on Si NWs sidewall at 220°C is mainly driven by the misfit stress, which scales almost linearly with Ge film thickness. The result is distinctively different when conducted at RT. We find that the bending induced by the same deposition on Si NWs sidewall at RT is driven by the surface stress, which evolves from tensile eventually to compressive in the later stage of Ge growth (data now shown here due to the space limit). Our experimental and analysis method is applicable to all kinds of single crystal system, being it a massive amount of objects (thin film on wafer, NW arrays) or a single object (microcantilever, unique NW), depending on the focused size of the beam spot.

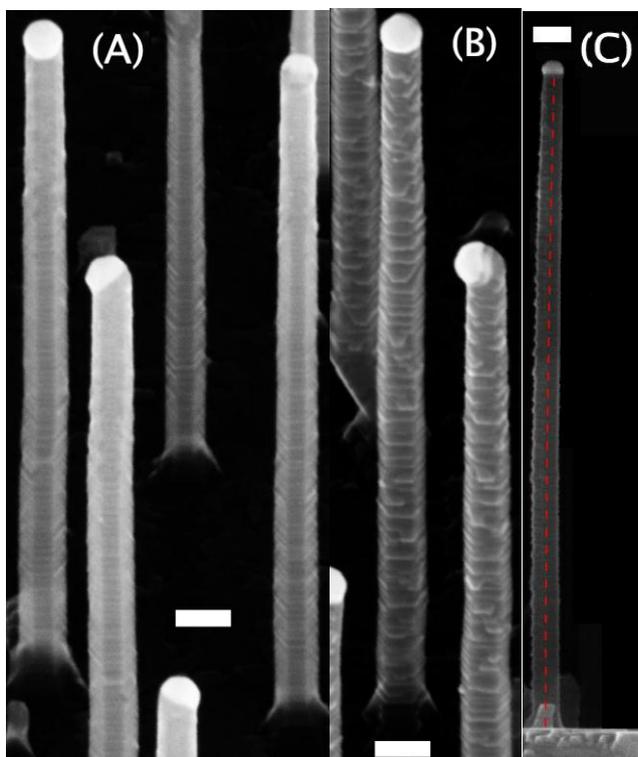


Figure 3: 45° perspective view of the Si NWs after 32nm of Ge deposition at 220°C. White scale bar = 100nm. (A) The periodic sawtooth faceting was preserved on the three facets that were kept from Ge deposition whereas (B) intensive surface roughening was observed on those three that were exposed to Ge deposition. (C) Side view of a Si NW after 32nm of Ge deposition. The viewing direction is perpendicular to the principal plane of bending. Red dashed line denotes deflection of the neutral surface as retrieved from experimental integrated intensities.

Effect of CoO/Ni orthogonal exchange coupling on perpendicular anisotropy of Ni films on Pd(001) (HC-914)

M. Przybylski^{1,2}, P. Kuswik^{1,3}, L. Gastelois^{1,4}, H. Tolentino⁵, M. De Santis⁵, A. Lamirand⁵, A. Y. Ramos⁵, M. Soares⁶

¹ Max-Planck-Institut für Mikrostrukturphysik, 06120 Halle, Germany

² AGH University of Science and Technology, 30-059 Krakow, Poland

³ Institute of Molecular Physics, Polish Academy of Sciences, 60-179 Poznan, Poland

⁴ Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, 31270-901 Belo Horizonte, MG, Brazil

⁵ CNRS, Institut Neel, 38042 Grenoble, France

⁶ European Synchrotron Radiation Facility, 38043 Grenoble, France

Perpendicular magnetization is strongly required in particular for giant magnetoresistance (GMR) and/or tunnelling magnetoresistance (TMR) based devices for magnetic recording and magnetic random access memory (MRAM). Magnetization of one of the ferromagnetic (FM) layers in such devices usually is pinned to the antiferromagnetic (AFM) underlayer, whereas the second one can be freely magnetized in two opposite directions (resulting in different resistivity, depending on whether the magnetizations of both FM layers are oriented parallel or antiparallel). The pinning is realized by employing the exchange bias effect, which is due to the coupling between FM and AFM spins at the interfaces. In this experiment FM/AFM coupling was exploited, not only to pin the magnetization but also to enhance perpendicular anisotropy of the FM layer. The exchange bias effect in FM/AFM interfaces has attracted much interest for decades. However, the microscopic mechanism responsible for this phenomenon has not yet been fully understood. The reason is that it is difficult to detect directly (and locally) the AFM spin configuration. The existing models explain the exchange bias effect for systems with an uncompensated AFM surface and with collinear FM/AFM exchange coupling at the interface. However, theoretical calculations for compensated interfaces show that the AFM and FM spins may be coupled perpendicularly and that they generate an effective uniaxial anisotropy. An in plane spin reorientation transition, driven by perpendicular coupling, has been theoretically predicted for temperatures close to the Néel temperature of the AFM layer and has been observed experimentally, for instance for Fe/NiO bilayers grown on Ag(001)-stepped surface [1]. Here our goal was to verify whether perpendicular FM/AFM coupling is possible in a plane perpendicular to the sample plane, i.e., whether the anisotropy axis of the uniaxial coupling-driven anisotropy can be oriented perpendicular to the sample plane. This could result in a perpendicular easy magnetization axis for FM films that otherwise, without such a coupling,

would be magnetized in the sample plane or in an increase of thickness up to which perpendicular magnetization is sustained in FM films with initial perpendicular easy axis. For this purpose we have grown a 23 ML thick Ni film on Pd(001) substrate using the BM32 experimental set-up. The layer exhibits a (001) epitaxy with a slight tetragonal distortion ($c/a=0.97$). Such thickness is well above the thickness at which magnetization rotates from perpendicular towards in-plane orientation at room temperature (SRT). On top of it, 3ML of CoO were grown showing (001) crystallographic orientation and a slight tetragonal distortion. The lattice constant values $a=418$ pm and $c=431$ pm were obtained, resulting in a c/a of 1.03. This result is quite important because it is known that for CoO(001) a $c/a>1$ results in a cobalt spin orientation in the surface plain. Surface X-ray diffraction analysis showed a negligible Ni oxidation, which does not extend beyond the first monolayer at the interface. No other structural modifications of the Ni film were observed, and in particular no changes in the tetragonal distortion. Magnetic properties were probed ex-situ at Halle by magneto-optical Kerr effect measurements. The film exhibits in-plane magnetization at room temperature. However, the easy axis reorient perpendicular to the surface below 250 K. Such a reorientation is not observed for Ni films of the same thickness but not covered with CoO. The conclusion is that below the Néel temperature the exchange coupling, which has to be in a spin-flop configuration, is responsible for the spin reorientation transition. The ability to manipulate the SRT trough the coupling with an AFM layer has an evident interest in spintronic.

[1] J. Li, M. Przybylski, F. Yildiz, X. L. Fu, Y. Z. Wu, Phys. Rev. B **83**, 094436 (2011).

3.2.2 Laue Micro-diffraction

X-ray μ -Laue diffraction analysis of Cu Through-Silicon Vias (TSV) : A two-dimensional and three-dimensional study

D. Ferreira Sanchez, P. Bleuet, P. Gergaud, D. Laloum
CEA-LETI, ST-Microelectronics

Chip interconnections with through silicon vias (TSVs) technology have always been a key challenge : the induced stresses in TSV and in the surrounding Si matrix introduced by the thermal treatments, by the Si wafer thinning and chip-packing interactions, raise serious reliability issues such as silicon cracking and performance degradation for Cu 10 μm diameter–80 μm deep TSVs. A promising non-destructive approach is microdiffraction tomography (IDT), which was applied to resolve the 3D position, shape, and size of grains in polycrystals as well as their crystalline orientations and mean deviatoric strain components. White I-beam Laue Tomography (LT) is another interesting non-destructive technique for 3D microstructure mapping. A 2D raster scan has been performed on a 100 μm thick sample, with the (110) direction of the Si matrix and the TSVs

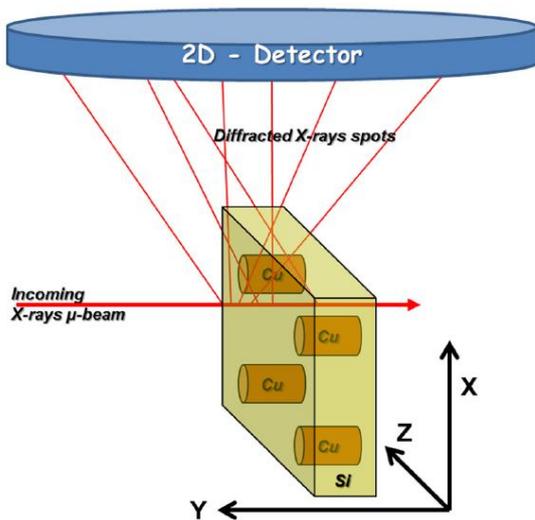


Fig 1 : Schematic of Laue diffraction geometry to image the strain field in Si around TSV cylinders.

perpendicularly orientated with respect to the beam incident (fig. 1). Determination from the Laue data analysis in a 73x71 μm^2 map of the spatial distributions of the deviatoric strain components are shown in figure 2. An approximate two fold rotational

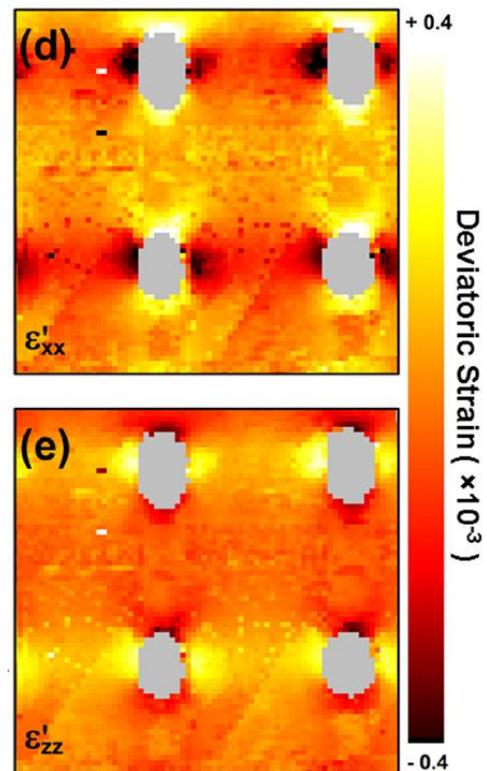


Fig 2 : Deviatoric strain map in Si around TSVs. (d) ϵ_{xx}^* vertical (sample-detector direction) and (e) ϵ_{zz}^* horizontal components.

symmetry relationship between ε'_{xx} and ε'_{zz} is observed, which is an experimental demonstration of its distribution predicted through finite elements method by some authors [1] both qualitatively and quantitatively (strain level close to TSV in the order of 10^{-3}). The success of the experiment required a combination of careful sample preparation and optimal experimental conditions. It should be mentioned that this approach gives only an integrated value of the strain along the via length and, therefore, it averages over influences of defects, such as voids, on the strain induced into the Si matrix.

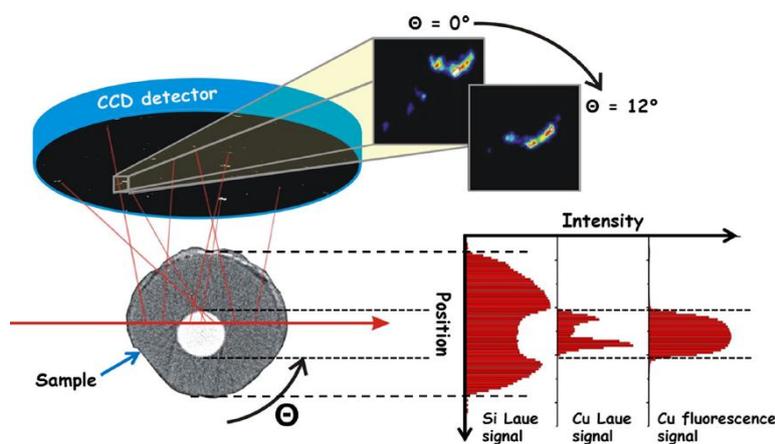


Fig 3: Laue Tomography principles on Cu TSV (white) surrounded by its silicon matrix (grey). Laue spots from Cu grains (see image zoom for two rotation angles) and Si are tracked during sample rotation. Corresponding intensities are used to reconstruct the position and shape of scattering entities.

and sample height (figure 3). For small number of illuminated Cu grains (e.g. Samples with few TSV), a correct localisation of Cu have been obtained by means of an automated procedure discriminating between Cu and Si peaks with respect to their peak width and rotation scan range presence. Corresponding origrams (orientation sinograms) were calculated for the two phases. Moreover equivalent deviatoric strain (scalar quantity derived from the tensor) origrams were also measured allowing to estimate the strain variation in Si as a function of the distance from the via. Fruitful informations were obtained on several sample representing various elaloration conditions: with or without voids in Cu via, and annealing processes to release stresses. More detalis can be found in [2].

[1] Budiman, A. S., Shin, H.-A.-S., Kim, B.-J., Hwang, S.-H., Son, H.-Y., Suh, M.-S., Chung, Q.-H., Byun, K.-Y., Tamura, N., Kunz, M., and Joo, Y.-C., *Microelectron. Reliab.* **52**, 530–533 (2012).

[2] D. Ferreira Sanchez, D. Laloum, M. Larissa Djomeni Weleguela, O. Ulrich, G. Audoit, A. Grenier, J.-S. Micha, O. Robach, F. Lorut, P. Gergaud and P. Bleuet *J. Appl. Phys.* **116** 163509 (2014)

In situ bending of a single Au nanowire monitored by micro Laue diffraction

C. Leclere, T. Cornelius, Z. Ren, A. Davykov, G. Richter

IM2NP Marseille, MPI intelligent Systems Stuttgart, INSP Paris

Nowadays, mechanical deformations of nanowires such as bending or elastic resonance allow us to control quantum states, paving the way for novel nanowire-based devices in the fields of spintronics and photonics. With the aim of fabricating future reliable hybrid mechanical systems, a thorough understanding of the mechanical behaviour at the nanoscale remains essential. With the advent of focused ion beam (FIB) microscopes, it became possible to machine out of bulk material dedicated structures for micro-mechanical

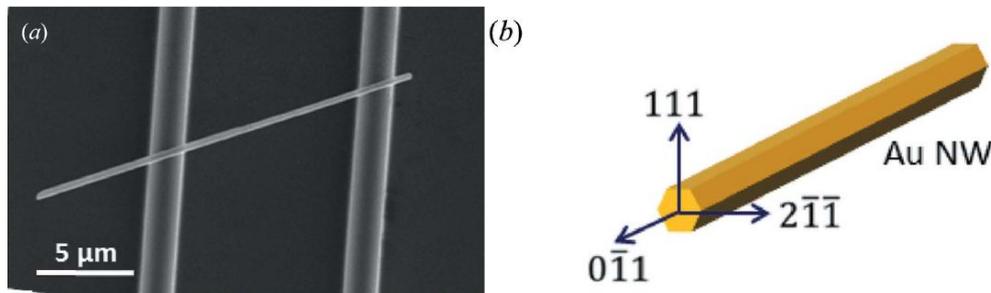


Fig 1 : (a) Scanning electron micrograph of a self-suspended Au nanowire crossing an Si micro-trench. (b) Schematic representation of the crystallographic directions with respect to the experimental configuration.

tests, which revealed a clear increase of the yield strength with decreasing diameter. However, micropillars that were not FIB machined did not show this trend but exhibited strengths close to the ultimate value of the material which was also reported for nominally defect free nanowires. The mechanical behaviour on the micro- and the nanoscale is then still far from being fully understood. The influence of free surfaces where defects may annihilate or which may act as nucleation sites for dislocations as well as the crystalline structure and inner grain boundaries are important aspects concerning the mechanical behaviour and the evolution of strain and defects. *In situ* experiments allow for visualizing the

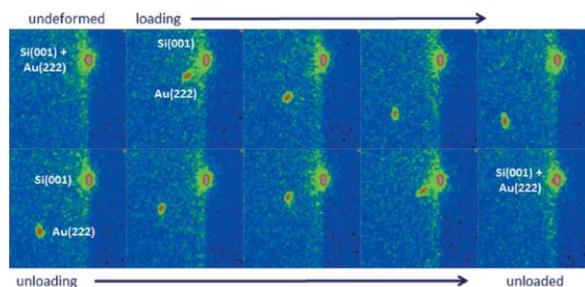


Fig. 2 : Sequence of in situ diffraction selected part of Laue patterns displaying the evolution of the Au111 and the Si001 Laue spots during the three-point bending of the Au nanowire.

elastic deformation as well as the nucleation and propagation of structural defects in individual nanostructures during mechanical loading. High sensitivity to atomic lattice strain is obtained by X-ray diffraction methods.

Single-crystalline gold nanowires were placed across 10 mm wide and 1.5 mm-deep

micro-trenches (silicon wafer), forming self-suspended nano-bridges (fig. 1). In order to avoid any sliding of the wire during mechanical testing, the wires were thoroughly clamped at the two supports by electron-beam-induced deposition of carbon from the residual gas in the scanning electron microscope chamber.

For in situ mechanical testing of a single gold nanowire in combination with Laue diffraction, the in situ scanning atomic force microscope SFINX was installed at BM32 beamline. SFINX is a compact atomic force microscope that can be combined with different sub-micrometre-focused X-ray techniques [1-2].

From the Laue diffraction patterns the orientation, i.e. both bending and rotation of the wire part illuminated by the X-ray beam, was determined from the orientation matrices (UB). The bending angle \hat{A} is inferred from the dot product between crystallographic directions under load and their initial state as follows:

$$\Theta = \arccos\left(\frac{\mathbf{q}_{\text{load}} \cdot \mathbf{q}_{\text{init}}}{|\mathbf{q}_{\text{load}}| |\mathbf{q}_{\text{init}}|}\right)$$

with the scattering vector $\mathbf{q} = UB \mathbf{G}^*$, where $\mathbf{G}^* = h\mathbf{a}^* + k\mathbf{b}^* + l\mathbf{c}^*$ is the reciprocal lattice vector defined with Miller indices hkl (fig. 3).

For the simulated data, the piezoelectric movement Δz was calculated by summing the deformation of the nanowire in its centre δ_{centre} and the necessary deflection

of the AFM cantilever, taking into account the applied force F and the cantilever stiffness of $k = 5 \text{ N m}^{-1}$: $\Delta z = \delta_{\text{centre}} + F/k$.

For small wire deformations with a bending angle of less than 1° and thus a displacement in the wire centre of $< 50 \text{ nm}$, i.e. less than the half-thickness of the wire, the experimental

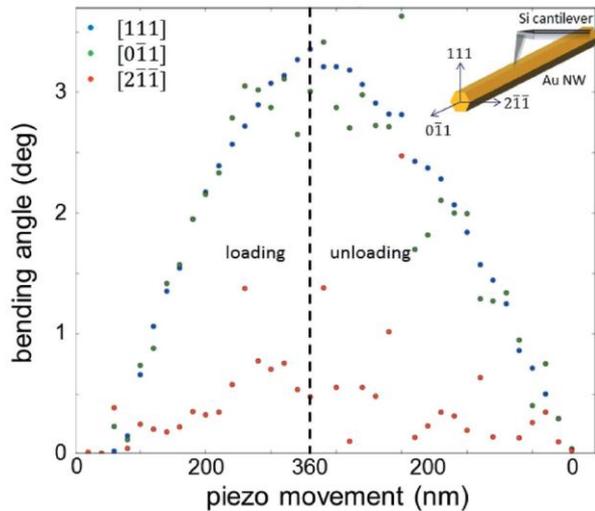


Fig 3: Bending angle inferred from the in situ microLaue diffraction patterns as a function of the movement of the piezo stage carrying the AFM cantilever.

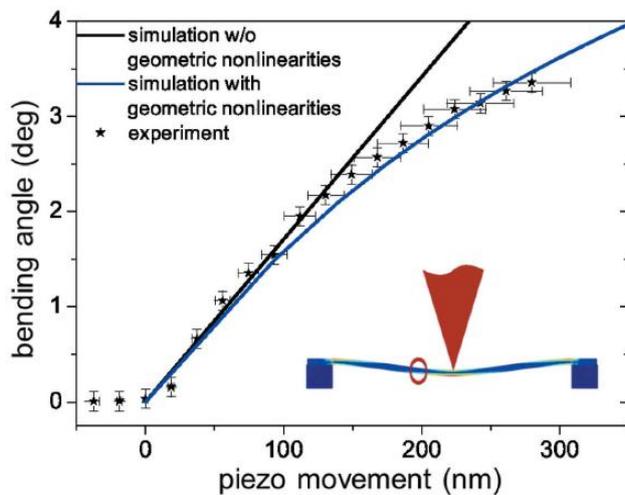


Fig 4: Experimental and FEM simulated bending angle (with and without taking into account geometric nonlinearities for large strain cases) of the Au nanowire at 1.8 μm distance from the loading point as a function of the piezo movement corresponding to the applied load. The inset illustrates, to scale, the position and the size of both the AFM tip and the X-ray beam during the experiment (260 pN).

data are well described employing classical beam theories (fig. 4). For large wire deflections with bending angles $>2.5^\circ$ ($\delta_{\text{centre}} > 150 \text{ nm}$), the bending angle deviates from this classical model and nonlinearities have to be considered. The slope discrepancy may be caused by a change of the contact between the AFM tip and the nanowire during mechanical testing and a slight sliding of the wire on

its supports. FEA simulations in agreement with experimental observations allows the calculation of the maximum stress along the nanowire, $\sigma_{yy} \sim 450 \text{ MPa}$, which exceeds the elastic limit of bulk gold by more than two orders of magnitude.

However, it is still far below the theoretical limit for the material, which is about 4.8 GPa and which has been experimentally demonstrated for ultra-high-strength gold wires [3].

- [1] Ren, Z., Mastropietro, F., Davydok, A., Langlais, S., Richard, M.-I., Furter, J.-J., Thomas, O., Dupraz, M., Verdier, M., Beutier, G., Boesecke, P. & Cornelius, T. W. *J. Synchrotron Rad.* **21**, 1128 (2014)
- [2] Cornelius, T. W., Davydok, A., Jacques, V. L. R., Grifone, R., Schulli, T., Richard, M.-I., Beutier, G., Verdier, M., Metzger, T. H., Pietsch, U. & Thomas, O. *J. Synchrotron Rad.* **19**, 688 (2012)
- [3] Richter, G., Hillerich, K., Gianola, D. S., Mnig, R., Kraft, O. & Volkert, C. A. *Nano Lett.* **9**, 3048 (2009)

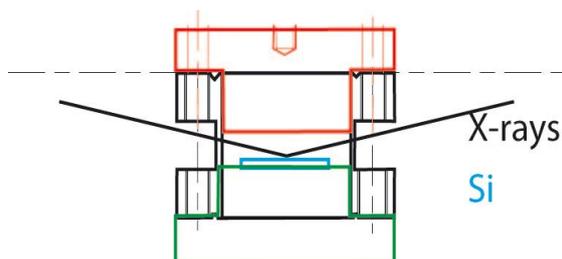
3.2.3 Goniomètre Multitechnique

In situ investigation of Solid Electrolyte Interphase in Li battery

F. Rieutord, M. Maréchal, S. Tardif, J.-S. Micha, M. Boniface, S. Lyonnard

CEA-INAC/SP2M and SPrAM

Fig.1 Electrochemical cell for reflectivity experiments. The Li covered positive electrode is in red, the silicon covered negative electrode in green. The two electrodes are separated by a PEEK insulating part (black)



Characterization of battery interfaces evolutions is a problem of great importance as there is a high need for high performance electrical energy storage media, e.g. for applications ranging from mobile electronic products to automotive industry. As part of the European project FP7 Baccara ("Battery and superCapacitor

ChARActerization and testing"), we have started investigations of the negative electrode/electrolyte interface of Lithium batteries using silicon as a host material.

The electrolyte was the standard EC/DEC/LiPF6 electrolyte, the positive electrode was Lithium Metal and the negative electrode was monocrystalline silicon, heavily doped so as to be conductive. The contact was made through stainless steel electrodes on which Lithium and Silicon were contacted. Separation of the two electrodes was made by a cylindrical PEEK cell body, in which the window for X-rays was directly machined. This unibody design is very similar to button cell batteries, yet with a larger electrolyte gap.

We ramped the potential from the 3V open circuit voltage down to 0 V and back using a voltameter cycler, at a rate of 0.1mV/s. Flowing current was measured throughout the experiment. Reflectivity curves were taken in loop, including periodic re-alignment scans (angle and height) and grazing-incidence diffraction scans. Typically 400 reflectivity scans were taken throughout the voltammetric cycle loop (Fig.2).

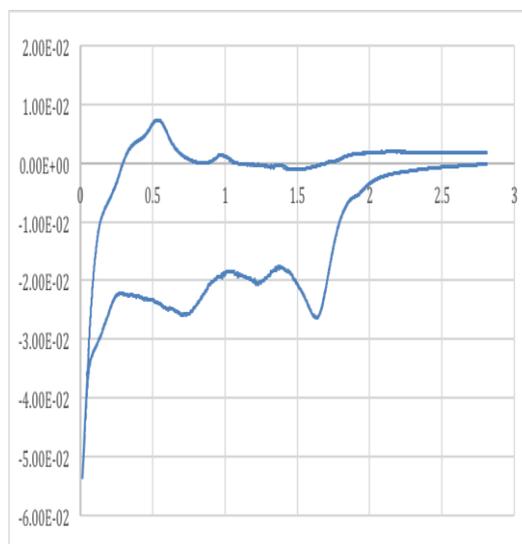


Fig.2 Voltamogram obtained during the experiment showing the occurrence of electrochemical at different potentials. These evolutions can be matched with reflectivity change, both being associated to interface layer buildup or interface change.

The energy was chosen to 27keV ensuring a good transparency of the 15mm diameter cell filled with electrolyte. Beam size was typically 50 μ m high.

A series of reflectivity curves is shown below as a function of decreasing potential voltage.

The reflectivity curves can be fitted to models using the standard algorithms. For the sake of simplicity we used kinematical approximations to fit the data, the full dynamical treatment being unnecessary for $q \gg q_c$ data. Note that to extend the range of validity of kinematical treatment, we used refraction corrected values for q ($q' = \sqrt{q^2 - q_c^2}$). Once a profile is found

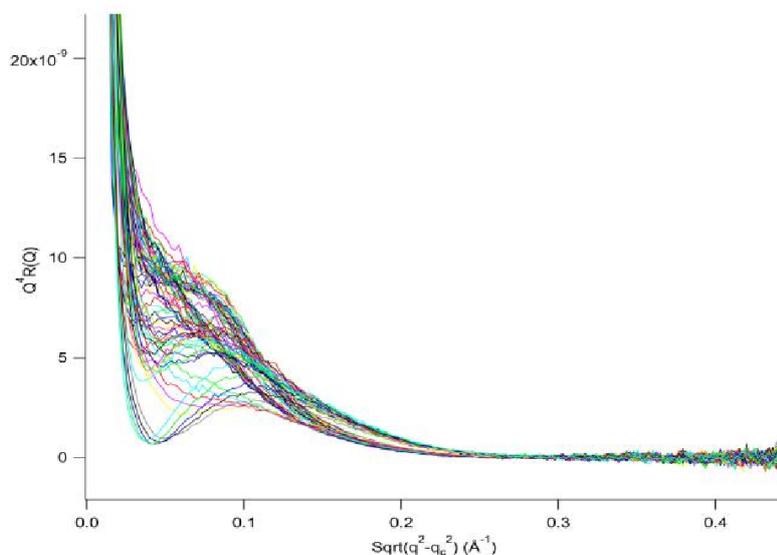


Fig.3. Series of reflection curves from 3V to 0V. A clear evolution of the interface reflectivity is visible upon potential change.

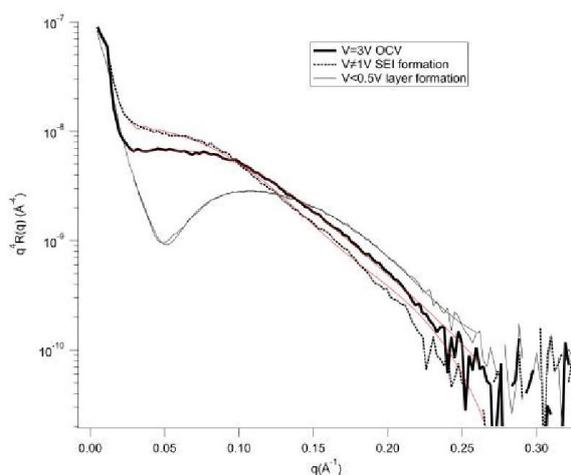


Fig4. Three typical curves extracted from Fig3 series. The evolution of reflectivities are clearly visible

using kinematical approximation fits, the solution is validated by a full calculation including critical angle using standard optical matrix formalism. Electron density profiles can be extracted from the data with a sequence of layer formation that seems to be more complex than expected.

The first evolution corresponds to the formation of a thick diffuse layer with reduced electron density

compared to the electrolyte. The presence of this reduced density layer against the electrode is signed by an increase of $I(q=0)$. A fit to the data gives a thickness in the 7nm range with a density reduced by typically 10% of the Si/electrolyte density difference. This evolution seems to start already at a voltage of 1.66V where a peak in the electrical current occurs. This may correspond to the first stage of SEI formation, confirming the very diffuse nature of this layer and its large thickness.

In a second stage the density at the interface seems to increase again, with a reduction of the $q=0$ intensity. The diffuse character of the layer seems to be maintained.

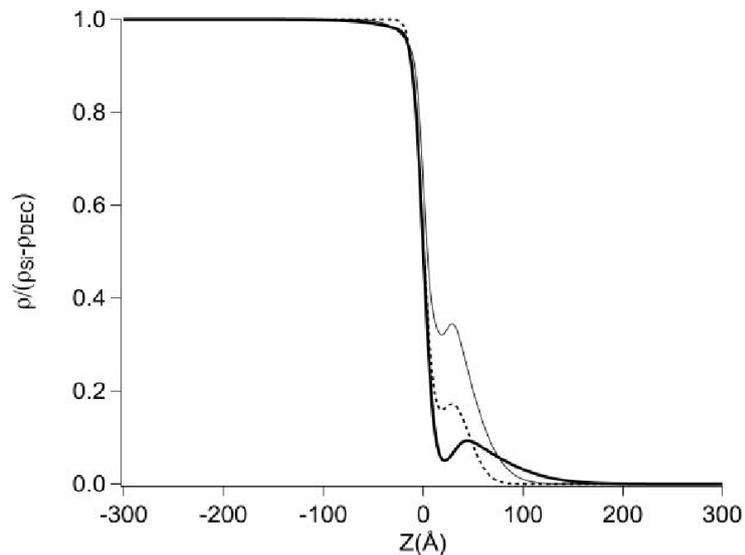


Fig.5 Profiles extracted from the fit to the curves

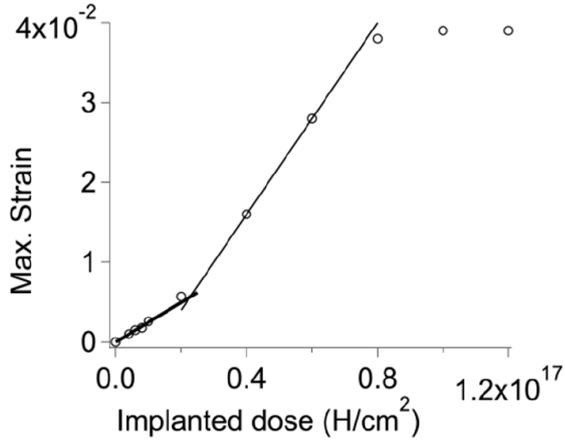
In a third stage a very well defined layer appears at low potential, with a density smaller than the electrolyte or the diffuse layer. Its interfaces and thickness ($t=1.8\text{nm}$) are well defined and below the diffuse layer thickness (estimated to 6 to 7nm with a 3nm transition zone between this layer and the electrolyte).

As a conclusion, the experiments show very strong evolutions upon potential changes. The density and thickness of the layers can thus be monitored as a function of potential or other parameter (e.g. electrolyte composition). Reproducibility and test of the results against other techniques have to be carried out.

Wafer bonding of hydrogen ultra smoothed surfaces

F. Rieutord, D. Massy, J.-D. Penot, H. Moriceau

CEA-DSM/INAC, SOITEC, CEA-DRT/LETI



Understanding the contact between solid surfaces is a long standing problem which has a strong impact on the physics of many

Fig.3 Strain versus implanted dose showing a non-linear behaviour at high doses.

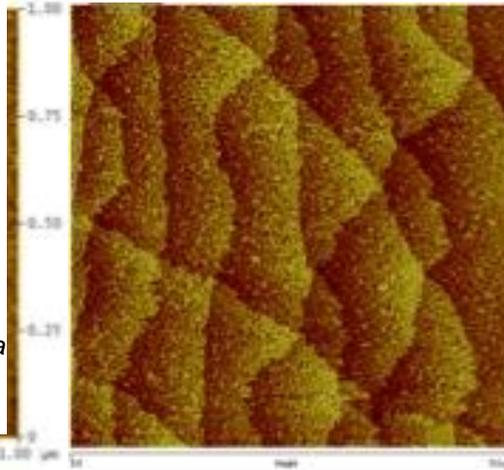


Fig.1. Two AFM images of hydrophobic (i.e. hydrogen passivated) silicon surfaces with different wavelength for the roughness obtained through different surface preparations. This lateral wavelength is a key parameter for interface sealing and adhesion properties. The roughness amplitudes are similar (0.2nm)

processes such as adhesion, friction, lubrication and wear. Experimentally, the investigation of solid/solid interfaces remains challenging today, due to the lack of experimental

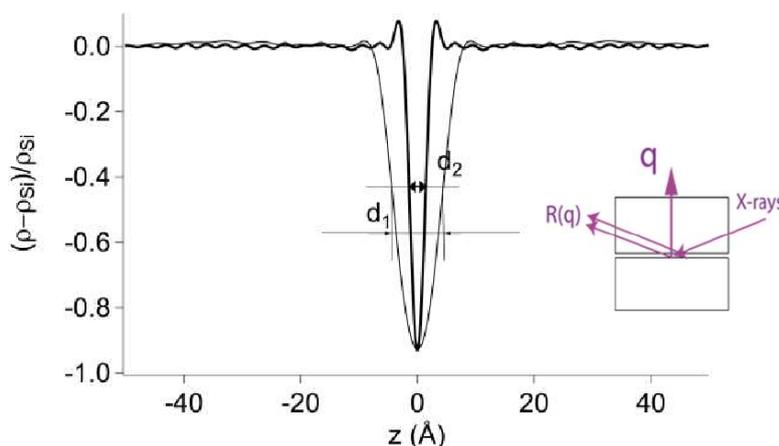


Fig.2: Interfacial reflection geometry and interface electron density profiles as measured using high energy X-ray reflectivity. Bonding were obtained using 1a and 1b surface preparations. Gap widths d_1 and d_2 correspond to asperity driven (a) and full surface contact (b), respectively.

techniques able to provide information at the sub-nanometer scale on interfaces buried between millimeters of materials. Yet, a strong interest exists improving the modelling of

contact mechanics of materials in order to adjust their interface properties (e.g. thermal transport, friction). We have shown using interfacial high energy X-ray synchrotron reflectivity that the essential features of the residual gap between contacting surfaces can be measured. The presence of this nano-gap is general to the contact of solids. In some special case however, it can be removed when attractive forces take over repulsive contributions, depending on both height and wavelength of asperity distributions (roughness). A criterion for this instability has been established in the standard case of van der Waals attractive forces and elastic asperity compression repulsive forces (Hertz model). This collapse instability has been confirmed experimentally in the case of silicon direct bonding, using high-energy X-ray synchrotron reflectivity and adhesion energy measurements. The possibility to achieve fully closed interfaces at room temperature opens interesting perspectives to build stronger assemblies with smaller thermal budgets.

Strain versus dose dependence of implanted materials

The SmartCut™ process is based on the implantation of light gas ions into a substrate to induce a weakened layer at some controlled depth below the surface of a crystal. The characterization of the stress and strain state of this layer is essential to understand the mechanisms that will ultimately lead to fracture. The strain-dose curve shows unexpected behavior with an increase of the strain to dose sensitivity. Combining strain and stress measurements, ab-initio calculations, we could propose that this behavior is due to a change in elastic parameters of the implanted layer, which could be quantitatively measured.

3.3 Production scientifique 2014

Les publications relatives à l'utilisation de BM32 sur la période 2013-mars 2015 sont classées par année et par ordre décroissant du facteur d'impact de la revue.

[] facteur d'impact de la revue au 09/03/2015

() nombre de citations 09/03/2015

Nombre de publications (avec comité de lecture) et facteur d'impact (*IF*) moyen (sur les cinq dernières années) par année :

Année	nombre	<i>IF</i>
2015 (→ Mars)	9	[4.5]
2014	7	[2.5]
2013	20	[4.5]
2012	23	[3.3]

Articles publiés au cours des trois dernières années (2013-2015(mars)) classés par journal et leur facteur d'impact (*IF*) correspondant (>2) (mars 2015):

Journal	<i>IF</i>	Nombre
Acta Cryst. A	17.2	1
Nano Letters	14.5	1
Phys. Rev. Lett.	7.4	1
J. Appl. Cryst.	4.8	3
Faraday Disc.	4.2	2
Appl. Phys. Lett.	3.7	5
Phys. Rev. B	3.6	3
J. Elect. Soc.	2.9	1
Nanoscale Res. Lett	2.8	1
J. Synchrotron Rad.	2.7	1
J. Appl. Phys.	2.3	4
J. Phys. Cond. Mat.	2.3	1
Euro. Phys. Lett.	2.1	1

Articles (publiés depuis moins de 5 ans) les plus cités (nombre de citations entre parenthèses) :

[14.5] (51) *M-plane core-shell InGaN/GaN multiple-quantum-well on GaN wires for electroluminescent device*

R. Koester, J. S. Hwang, D. Salomon, X. Chen, C. Bougerol, J.-P. Barnes, D. Le Si Dang, L. Rigutti, M. Tchernycheva, C. Durand and J. Eymery
Nano Letters **11**, p 4839-4845 (2011)

[42] (34) *Substrate-enhanced supercooling in AuSi eutectic droplets*

T. Schüllli, R. Daudin, G. Renaud, O. Geaymond and A. Pasturel,
Nature **464**, 1174 (2010)

[5.2] (34) *Size and Catalytic Activity of Supported Gold Nanoparticles: An in operando Study During CO Oxidation*

I. Laoufi, M.-C. Saint-Lager, R. Lazzari, J. Jupille, O. Robach, S. Garaudee, G. Cabailh, P. Dolle, H. Cruguel and A. Bailly
J. Phys. Chem. **C 115** (11) pp 4673-4679 (2011)

[1.6] (17) *A new white beam x-ray microdiffraction setup on the BM32 beamline at the European Synchrotron Radiation Facility*

O. Ulrich, X. Biquard, P. Bleuet, O. Geaymond, P. Gergaud, J.-S. Micha, O. Robach, and F. Rieutord
Rev. Sci. Instrum. **82**, 033908 (2011)

[1.5] (16) *Dislocation storage in single slip-oriented Cu micro-tensile samples: New insights via X-ray microdiffraction*

C. Kirchlechner, D. Kiener, C. Motz, S. Labat, N. Vaxelaire, O. Perroud, J.-S. Micha, O. Ulrich, O. Thomas, G. Dehm, and J. Keckes
Phil. Mag. **91** (7-9) Special Issue pp 1256-1264 (2011)

Articles (publiés depuis moins de 3 ans) les plus cités (nombre de citations entre parenthèses) :

[3.6] (15) *Dynamics, anisotropy, and stability of silicon-on-insulator dewetting fronts*

F. Leroy, F. Cheynis, T. Passanante, and P. Müller
Phys. Rev. **B 85**, 195414 (2012) and erratum **85** 239901 (2012)

[2.3] (14) *Structural and optical analyses of GaP/Si and (GaAsPN/GaPN)/GaP/Si nanolayers for integrated photonics on silicon*

T. Nguyen Thanh, C. Robert, W. Guo, A. Letoublon, C. Cornet, G. Elias, A. Ponchet, T. Rohel, N. Bertru, A. Balocchi, O. Durand, J.-S. Micha, M. Perrin, S. Loualiche, X. Marie and A. Le Corre
J. Appl. Phys. **112**, 053521 (2012)
Publisher erratum: J. Appl. Phys. **112**, 079904 (2012)

[2.2] (13) *Floating lipid bilayers: Models for physics and biology*

Fragneto G., Charitat T., and Daillant J.
European Biophysics Journal **41**, 863-874 (2012)

[3.7] (12) *In situ study of self-assembled GaN nanowires nucleation on Si(111) by plasma-assisted molecular beam epitaxy*

K. Hestroffer, C. Leclere, V. Cantelli, C. Bougerol, H. Renevier and B. Daudin
Appl. Phys. Lett. **100** (21) 212107 (2012)

[3.6] (10) *Interface-driven phase separation in multifunctional materials: The case of the ferromagnetic semiconductor GeMn*

E. Arras, F. Lançon, I. Slipukhina, É. Prestat, M. Rovezzi, S. Tardif, A. Titov, P. Bayle-Guillemaud, F. d'Acapito, A. Barski, V. Favre-Nicolin, M. Jamet, J. Cibert, and P. Pochet
Phys. Rev. B **85**, 115204 (2012)

2015

[14.5] *Tensile Strained Germanium Nanowires Measured by Photocurrent Spectroscopy and X-Ray Microdiffraction.*

K. Guilloy, N. Pauc, A. Gassenq, P. Gentile, S. Tardif, F. Rieutord, and V. Calvo
Accepted in NanoLetters, 2015

[4.8] *In situ bending of an Au nanowire monitored by micro Laue diffraction*

C. Leclere, T. W. Cornelius, Z. Ren, A. Davydok, J.-S. Micha, O. Robach, G. Richter, L. Belliard and O. Thomas
J. Appl. Cryst., **48**, 291 (2015)

[4.8] *X-ray micro Laue diffraction tomography analysis of a solid oxide fuel cell*

D. Ferreira-Sanchez, J. Villanova, J. Laurencin, J.-S. Micha, A. Montani, P. Gergaud, P. Bleuet
J. Appl. Cryst., accepted, (2015)

[3.7] *Ordered domain lateral location, symmetry and thermal stability in Ge:Si islands*

M.-I. Richard, A. Malachias, T. U. Schüllli, and G. Renaud
Appl. Phys. Lett., accepted, (2015)

[3.6] *Formation, stability and atomic structure of the Si(111)-(6_6)Au surface reconstruction: a quantitative study using synchrotron radiation,*

R. Daudin, T. Nogaret, A. Vaysset, T.-U. Schüllli, A. Pasturel and G. Renaud,
Phys. Rev. B, accepted, (2015)

[2.7] *The In situ growth of Nanostructures on Surfaces (INS) end station of the ESRF BM32 beamline: a combined UHV-CVD and MBE reactor for in situ x-ray scattering investigations of growing nanoparticles and semiconductor nanowires*

V. Cantelli, O. Geaymond, O. Ulrich, T. Zhou, N. Blanc, and G. Renaud
J. Sync. Rad., accepted, (2015)

[2.3] *Strain driven monoclinic distortion of ultrathin CoO films in the exchange-coupled CoO/FePt/Pt(0 0 1) system*

A. D. Lamirand, M. M. Soares, M. De Santis, A.Y. Ramos, S. Grenier and H. C. N. Tolentino
J. Phys.: Condens. Matter **27** 085001 (2015)

[1.9] *Spin orientation in an ultrathin CoO/PtFe double-layer with perpendicular exchange coupling*

A. D. Lamirand, M. M. Soares, A.Y. Ramos, H.C.N. Tolentino,
M. De Santis, J. C. Cezar, A. de Siervo
J. Magn. Magn. Mater. **373** (2015) 6–9

[1.0] *Mechanism Involved in Direct Hydrophobic Si(100)-2x1:H Bonding*

Rauer, C., H. Moriceau, F. Rieutord, J.M. Hartmann, F. Fournel, A.-M. Charvet, N. Bernier, H. Dansas, and C. Morales.
accepted in Microsystem Technologies, 2015

Laue-DIC: a new method for improved stress field measurements at the micron scale

J. Petit, O. Castelnau, M. Bornert, F. Zhang, F. Hofmann, A.M. Korsunsky, D. Faurie, C. Le Bourlot, J.-S. Micha, O. Robach and O. Ulrich
submitted to J. Synchr. Rad.

On the reversibility of dislocation slip during small scale low cycle fatigue

C. Kirchlechner, P. J. Imrich, W. Liegl, J. Pörnbacher, J.-S. Micha, O. Ulrich and C. Motz
submitted to *Acta Materialia*

Elastic strain measurements by Laue microdiffraction and HR-EBSD in a deformed stainless steel single crystal.

E. Plancher, J. Petit, C. Maurice, V. Favier, L. Saintoyant, D. Loinsard, N. Rupin, J.-B. Marijon, O. Ulrich, J.-S. Micha, O. Robach, O. Castelnaud
submitted to *Scripta Materialia*

Laue pattern analysis for 2D strain mapping in light ion implanted polycrystals

M. Ibrahim, E. Castelier, H. Palancher, M. Bornert, S. Caré, J.-S. Micha
submitted to *J. Appl. Cryst.*

The nature and origin of “double expanded austenite” in Ni-based Ni-Ti alloys developing upon low temperature gaseous nitriding

Fonović, M., Leineweber, A., Robach, O. Jägler, E. A., Mittemeijer, E. J.
submitted to *Metall. Mater. Trans. A*

Chapître:

Chapitre 4 : Analyse avancée des gradients d'orientation et des contraintes par microdiffraction Laue des rayons X,

O. Robach, J.S. Micha, O. Ulrich, G. Daveau, B. Devincere, T. Hoc, V. Consonni, G. Feuillet, J. Petit, submitted to *Rayons X et Matière, RX2013*, Hermès, Eds : P. Goudeau, R. Guinebrière

2014

[4.8] (2) Integration techniques for SXRD data obtained with a 2D detector

J. Drnec, T. Zhou, S. Pintea, W. Onderwaater, E. Vlieg, G. Renaud and R. Felici,
J. Appl. Cryst. **47**, 365 (2014)

[3.6] (1) Local band bending and grain-to-grain interaction induced strain nonuniformity in polycrystalline CdTe films

V. Consonni, N. Baier, O. Robach, C. Cayron, F. Donatini, and G. Feuillet
Phys. Rev. B **89**, 035310 (2014)

[2.3] X-ray μ -Laue diffraction analysis of Cu through-silicon vias: a 2D and 3D study

D. Ferreira Sanchez, D. Laloum, M. Larissa Djomeni Weleguela, O. Ulrich, G. Audoit, A. Grenier, J.-S. Micha, O. Robach, F. Lorut, P. Gergaud and P. Bleuet
J. Appl. Phys. **116** 163509 (2014)

[2.1] Interfacial Closure of Contacting Surfaces

Rieutord, F., C. Rauer, and H. Moriceau
Europhysics Letters **107** 34003 (2014)

[1.9] Growth of Ge islands on SrTiO₃ (001)-2x1 reconstructed surface: Epitaxial relationship and effect of the temperature

B. Gobaut, J. Penuelas, A. Benamrouche, Y. Robach, N. Blanc, V. Favre-Nicolin, G. Renaud,

L. Largea, G. St-Girons
Surf. Sci. **624**, 130 (2014)

[1.6] *A new method for polychromatic X-ray μ Laue diffraction on a Cu pillar using an energy-dispersive pn-junction charge-coupled device*

A. Abboud, C. Kirchlechner, S. Send, J.-S. Micha, O. Ulrich, N. Pashniak, L. Struder, J. Keckes and U. Pietsch
Rev. Sci. Instr. **85** 113901 (2014)

[1.3] *Multi-scale X-ray diffraction study of strains induced by He implantation in UO₂ polycrystals*

A. Richard, E. Castelier, H. Palancher, J.S. Micha, H. Rouquette, A. Ambard, Ph. Garcia, Ph. Goudeau
Nucl. Instr. Meth. **B 326** 251-255 (2014)
proceedings conference REI -2014

Materials and Manufacturing of SOI Wafers.

Moriceau, H., F. Fournel, and F. Rieutord
in *Silicon-on-Insulator (SOI) Technology Manufacture and Applications*
edited by O. Kononchuk and B.-Y. Nguyen, Woodhead Publishing. Cambridge, 2014.

Synchrotron radiation-based characterization of interconnections in microelectronics: recent 3D results

P. Bleuet, G. Audoit, J. Bertheau, J. Charbonnier, P. Cloetens, M. Weleguela, D. Sanchez, D. Sanchez, F. Hodaj, P. Gergaud, F. Lorut, J.-S. Micha, A. Thuair, O. Ulric
Book Series: Conference: Location: San Diego, CA Date: AUG 18-20, 2014 Sponsor(s): SPIE
Developments In X-Ray Tomography TOMOGRAPHY IX Book Series: Proceedings of SPIE
Volume: 9212 Article Number: 92120D Published: 2014

Chapître:

Laue microdiffraction at ESRF

O. Robach, C. Kirchlechner, J.S. Micha, O. Ulrich, X. Biquard, O. Geaymond, O. Castelnaud, M. Bornert, J. Petit, S. Berveiller, O. Sicardy, J. Villanova, F. Rieutord,
Chapter 5 : p 156 in « Strain and dislocation gradients from diffraction »
Editors: Barabash R.I., Ice G.E. , "Imperial College Press" / "World Scientific Publishing"
(2014)

Thèse:

Anne Lamirand, « Croissance épitaxiale, structure atomique et couplage d'échange de bicouches ultra-minces d'oxydes sur métaux » Université de Grenoble, 16 octobre 2014.

2013

[17.2] (2) *A tunable multicolour 'rainbow' filter for improved stress and dislocation density field mapping in polycrystals using X-ray Laue microdiffraction*

O. Robach, J.-S. Micha, O. Ulrich, O. Geaymond, O. sicardy, L. Haertwig, F. Rieutord
Acta Cryst **A 69**, 164-170 (2013)

- [7.4] (8) *Strains induced by Point Defects in Graphene on a Metal*
N. Blanc, F. Jean, A. V. Krasheninnikov, G. Renaud, and J. Coraux
Phys. Rev. Lett., **111**, 085501 (2013).
- [4.2] (1) *Operando atomic structure and active sites of TiO₂(110)-supported gold nanoparticles during carbon monoxide oxidation*
M.C. Saint-Lager, I. Laoufi and A. Bailly
Faraday Discussions **162**, 179-190 (2013)
- [3.7] (3) *In-situ observation of stress-induced stochastic twin boundary motion in off stoichiometric NiMnGa single crystals*
R.I. Barabash, C. Kirchlechner, O. Robach, Odile; O. Ulrich, J.-S. Micha, A. Sozinov and O.M. Barabash
Appl. Phys. Lett. **103** (2), 021909 (2013)
- [3.7] (1) *Interface Accommodation Mechanism for Weakly Interacting Epitaxial Systems*
A. Danescu, B. Gobaut, J. Penuelas, G. Grenet, V. Favre-Nicolin, N. Blanc, T. Zhou, G. Renaud, and G. Saint-Girons
Appl. Phys. Lett. **103**, 021602 (2013).
- [3.7] (0) *Effect of H-implantation in the local elastic properties of silicon crystals*
S. Reboh, F. Rieutord, L. Vignoud, F. Mazen, D. Landru, M. Zussy, and C. Deguet
Appl. Phys. Lett. **103**, 181911 (2013)
- [3.7] (3) *Agglomeration dynamics of germanium islands on a silicon oxide substrate: A grazing incidence small-angle x-ray scattering study*
F. Cheynis, F. Leroy, T. Passanante *et al.*
Appl. Phys. Lett. **102** (16), 161603 (2013)
- [3.6] (6) *Robust perpendicular exchange coupling in an ultrathin CoO/PtFe double layer: Strain and spin orientation*
A. D. Lamirand, M. M. Soares, A.Y. Ramos, H.C.N. Tolentino, M. De Santis, J. C. Cezar, A. de Siervo and M. Jamet
Phys. Rev. **B 88**, 140401 (2013)
- [3.6] (5) *Effect of preparation on the commensurabilities and thermal expansion of graphene on Ir(111) between 10 and 1300 K*
F. Jean, T. Zhou, N. Blanc, J. Coraux and G. Renaud,
Phys. Rev. **B 88**, 165406 (2013)
- [2.9] (0) *Treatments of deposited SiO_x surfaces enabling low temperature direct bonding*
C. Rauer, H. Moriceau, F. Fournel, A.-M. Charvet, C. Morales, N. Rochat, L. Vandroux, F. Rieutord, T. Mc Cormick, and I. Radu
J. Electrochem. Soc., (2013)
- [2.8] (5) *Metal organic vapour-phase epitaxy growth of GaN wires on Si (111) for light-emitting diode applications*
D. Salomon, A. Dussaigne, M. Lafossas, C. Durand, C. Bougerol, P. and J. Eymery
Nanoscale Res. Lett. **8**, 61-1 (2013)
- [2.3] (6) *Lattice strain of hydrogen-implanted silicon : correlation between X-ray scattering analysis and ab-initio simulations.*

F. Rieutord, F. Mazen, S. Reboh, J. D. Penot, L. Bileanu, J. P. Crocombette, V. Vales, V. Holy, and L. Capello
J. Appl. Phys. **113**, 153511, (2013)

[2.3] (4) *Nanoscale organization by elastic interactions between H and He platelets in Si*
S. Reboh, F. Rieutord, F. Mazen, N. Cherkashin, M. F. Beaufort, J.-F. Barbot, M. Vallet, P. F. P. Fichtner, and J. Grilhé
J. Appl. Phys. **114**, 073517 (2013)

[2.3] (3) *Development of microcracks in hydrogen-implanted silicon substrates*
J. D. Penot, D. Massy, F. Rieutord, F. Mazen, S. Reboh, F. Madeira, L. Capello, D. Landru, and O. Kononchuk
J. Appl. Phys. **114**, 123513, (2013)

[2.1] (0) *Mechanism of Edge Bonding Void Formation in Hydrophilic Direct Wafer Bonding*
A. Castex, B. M., F. Rieutord, K. Landry, and C. Lagahe-Blanchard
Electrochem. Sol. State Lett. **2**, 47-50, (2013)

[1.8] (0) *Quantitative study of microtwins in GaP/Si thin film and GaAsPN quantum wells grown on silicon substrates*
T. Nguyen Thanh, C. Robert, E. Giudicelli, A. Létoublon, C. Cornet, A. Ponchet, T. Rohel, A. Balocchi, J.S. Micha, M. Perrin, S. Loualiche, X. Marie, N. Bertru, O. Durand, A. Le Corre
J. Crystal Growth **378**, 25-28 (2013)

[1.4] (1) *Structural investigation of nanoporous alumina film with grazing incidence small angle X-ray scattering*
D. Buttard, T. Schüllli and R. Lazzari
Phys. Stat. Solid. **A 210**, 2521-2525 (2013)

[1.3] (1) *Thermal bump removal of a Crystal Monochromator by designing an optimal shape*
J.-S. Micha, O. Geaymond, F. Rieutord
4th international workshop on Metrology for X-ray Optics, Mirror Design, and Fabrication
Barcelona, 4th to 6th July 2012
Nucl. Instr. Methods **A 710**, 155-160 (2013)

[1.0] (2) *Hydrophobic direct bonding of silicon reconstructed surfaces*
C. Rauer, F. Rieutord, J. M. Hartmann, A.-M. Charvet, F. Fournel, D. Mariolle, C. Morales, and H. Moriceau
Microsystem Technologies, **19**, 675 (2013)

Chapître:

Nanostructures observed by surface sensitive x-ray scattering and highly focused beams

T. Schullli, V. Favre-Nicolin M.-I. Richard and G. Renaud,
in „Characterization of Semiconductor Heterostructures and Nanostructures“, C. Lamberti ed.; second edition, 2013, pp 113-173., Elsevier.

Grazing incidence diffraction anomalous fine structure in the study of structural properties of nanostructures

H. Renevier and M.G. Proietti

In: "Characterization of Semiconductor Heterostructures and Nanostructures. 2. Edition", Lamberti C. (Eds.) Agostini G. (Eds.) (Elsevier, 2013) pp.311-359

Article de vulgarisation:

-« *Propriétés structurales de surfaces, interfaces et nanostructures étudiées à l'aide des rayons X* »

G. Renaud,

Reflets de la Physique n°34-35 et Le BUP, Hors Série N°1 , pp 65-69, 2013

Conférences

Strain-stress determination in copper filled TSVs using X-Rays diffraction : average and local approach

C. Krauss, S. Labat , S. Escoubas, O. Thomas, A. Farcy, J.-S. Micha, O. Robach
Materials for Advanced Metallization 10-13 March 2013, Leuven

La Microdiffraction Laue des rayons X : un outil de métrologie locale

invited : O. Robach et al

RX et matière 2013, Nantes 12-15 Novembre 2013

X-ray Laue Microdiffraction : a local metrology tool

invited : O. Robach et al

Small Scale Plasticity, Cargese, Octobre 2013

Mesures 3D micrométriques de la microstructure et du champ des déformations élastiques par DAXM à BM32 (ESRF)

J.-B. Marijon, F. Grennerat, O. Robach, O. Castelnaud, J.-S. Micha

RX et matière 2013, Nantes 12-15 Novembre 2013

Laue micro-beam tomography on Through-Silicon-Via

D. Ferreira Sanchez et al

RX et matière 2013, Nantes 12-15 Novembre 2013

Analyse quantitative de la perfection cristalline de nanocouches épitaxiales GaP/Si

A. Létoublon et al

RX et matière 2013, Nantes 12-15 Novembre 2013

Influence of dislocation pile-ups on mechanical properties of microcantilevers:

New insights via in situ μ Laue and in situ SEM bending experiments.

M.Kapp et al

EUROMAT 2013, Seville, 8-13 september 2013

Gallium nitride single-wires studied by X-ray diffraction: homogeneous wires and core-shell heterostructures

J. Eymery, C. Durand, D. Salomon, V. Favre-Nicolin, F. Rieutord, O. Robach, J.S.

Micha, M. Burghammer, E. Di Cola, M. Reynolds

E-MRS, strasbourg, May 2013

A tunable multi-color "rainbow" filter for improved stress and dislocation field mapping in polycrystals using x-ray Laue microdiffraction

O. Robach, J.-S. Micha, Olivier Ulrich, Olivier Geaymond, Olivier Sicardy, Jürgend Härtwig, François Rieutord
TMS 2013, San Antonio (US/TX), 3rd – 7th march 2013

Prix

T. Zhou: prix de la meilleure présentation Science Days ESRF Oct 2013
A. Lamirand: prix du meilleur poster Science Days ESRF Oct 2013

Thèse

K. Hestroffer

Croissance et caractérisation de nanofils de GaN et d'hétérostructures - Growth and characterization of GaN nanowires and GaN/AlN heterostructure nanowires
Université de Grenoble, France (PhD Thesis, 2013)

C. Leclere

Spectroscopies X et diffraction anormale de boîtes quantiques GaN et d'hétérostructures III-N : inter-diffusion et ordre à courte distance
Université de Grenoble, France (PhD Thesis, 2013)

3.4 Actions de communication

Les lignes IF, D2AM et FAME occuperont une place privilégiée à la conférence RX & Matière du 2 au 5 Décembre à Grenoble. Les participants appartiennent à la communauté des utilisateurs de rayons X de laboratoire et synchrotron. Une demi-journée (session plénière) sera consacrée à la présentation des lignes de lumière d'un point de vue instrumental et scientifique. Les scientifiques de lignes et comité local d'organisation vont interagir pour définir le format le plus approprié pour obtenir le meilleur impact. Pour le temps restant de la conférence, les lignes concernées encourageront aussi leurs utilisateurs à soumettre des résumés pour des présentations orales ou poster.

4. Ressources et besoins de la ligne CRG/IF

4.1 Le personnel de la ligne et les besoins RH

Pour conduire une analyse des besoins en personnel pour la IF il faut distinguer les 3 instruments présents sur la ligne et les fonctions qui sont à remplir pour assurer un