

Club Nanotechnologie Région "Grand Est"



*Besançon, Dijon, Troyes,
Reims, Nancy, Strasbourg,
Mulhouse, Belfort-Montbéliard*

Délégué : J.Claude LABRUNE
CREST - BP 71427
25211 MONTBELIARD Cedex
Tél/fax : 03 81 99 46 10
Mél : Jean-Claude.Labrune@pu-pm.univ-fcomte.fr

La délégation "Grand Est" du Club Nanotechnologie regroupe des équipes de laboratoires des Universités de Bourgogne, Franche-Comté, Reims-Champagne Ardennes, Nancy, Strasbourg, Haute-Alsace et de l'Université de Technologie de Troyes. Certaines équipes sont également fédérées au sein de leur université mère par des instituts, tel l'Institut des Microtechniques de Franche-Comté (IMFC).

On rencontre essentiellement deux formes d'activités en Nanotechnologie.

La première développe ou utilise les différents types de microscopie à champ proche (optique, électronique, à force atomique et dérivées) en les adaptant à des études spécifiques ou à des applications particulières dans les domaines de la mécanique, de la microélectronique, de la ferroélectricité, des télécommunications et de la biologie.

La seconde s'intéresse plus aux surfaces et interfaces et utilise la microscopie à champ proche avec d'autres moyens de caractérisation pour étudier des nanostructures formées en général sous ultra-vide. Elle concerne plutôt des thématiques à caractère plus fondamental.

Les fiches qui suivent présentent de manière succincte les activités des différentes équipes. Les adresses postales, téléphoniques et électroniques des laboratoires et des personnes à contacter y sont indiquées, ainsi que les sites web.

Département de Physique et Métrologie des Oscillateurs de FEMTO – ST

Franche-Comté Electronique Mécanique Thermique et Optique - Sciences et Technologies
UMR 6174 CNRS - UFC - ENSMM – UTBM



Directeur du LPMO : Professeur Bernard CRETIN
Adresse : LPMO-CNRS, 32 Avenue de l'Observatoire,
25044 BESANCON CEDEX
Tél. : +33 (0)3 81 85 39 99 / Fax. : +33 (0)3 81 85 39 98
Site WEB : <http://www.lpmo.edu/>

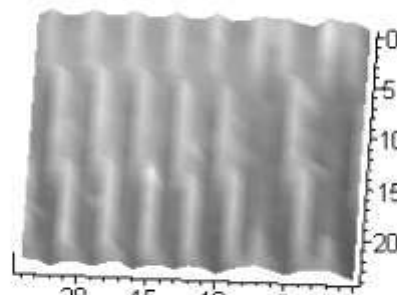
Contact : Dr Pascal VEIRAC
Tél. : +33 (0)3 81 85 39 48
Mél : vairac@femto-st.fr

1/ Microscopie acoustique à pointe vibrante ; application aux alliages à mémoire de forme

R. Rousier, P. Vairac, B. Cretin, LPMO-CNRS, Besançon et C. L'excellent, LMARC, Besançon

Cette technique, initialement développée pour l'imagerie des défauts de structure et la caractérisation des matériaux à l'échelle mésoscopique, a été appliquée à la caractérisation de matériaux à propriétés évolutives comme les alliages à mémoire de forme. Le microscope a été complété en vue d'effectuer des rampes de températures contrôlées au niveau des échantillons. Les premiers résultats, qui nécessiteront un complément d'analyse, ont montré d'intéressantes évolutions des AMF à l'échelle locale, différentes de celles usuellement observées à des échelles plus grandes (les mesures sont couramment pratiquées à l'aide de moyens mécaniques lourds, comme les machines de traction et l'approche fine est peu mise en oeuvre). Nous avons en particulier observé qu'il est possible d'éduquer le matériau en utilisant les contraintes résultant du balayage de la pointe sur la surface. Une illustration est fournie sur la figure qui suit :

Observation de la modification de l'orientation des aiguilles de martensite par balayage d'une pointe au contact. Les aiguilles sont alignées dans le sens du balayage (ici vertical).
Matériau : CuZnAl
Surface balayée : 100µm×100 µm



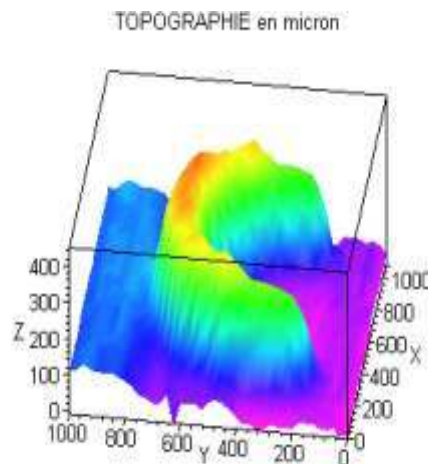
2/ Mesure de la différence de potentiel de contact par mesure des forces électriques

R. Rousier, P. Vairac, B. Cretin, LPMO-CNRS, Besançon

Les techniques de mesure de la différence de potentiel de contact à l'échelle locale utilisent classiquement une pointe fine et un microlevier. La technique que nous avons mise en œuvre est basée sur l'utilisation de la résonance du microlevier, auquel la pointe est fixée, et sur la mesure des très faibles vibrations à l'aide d'un interféromètre optique. La quantification fine des forces d'origine électrique a permis d'affiner la modélisation et plus particulièrement de montrer l'influence de faibles non linéarités sur la réponse du système. L'utilisation d'un asservissement de l'amplitude de la force a aussi permis d'effectuer une topographie de la surface. Fondamentalement, ce microscope est très intéressant pour les microtechniques puisqu'il devrait permettre de quantifier, au delà des potentiels électrochimiques, l'état de propreté des surfaces.

Une application à la profilométrie est présentée sur la figure qui suit ; l'objet est une simple pièce de 5 centimes (F) et la zone balayée est localisée au niveau de la lettre 'c' qui apparaît de façon claire sur l'image.

Profil de surface obtenu sur une pièce de monnaie par microscopie électrique dynamique



3/ Microscopies thermoélastique et radiométrique à champ proche

R. Patois, B. Cretin, LPMO-CNRS, Besançon

Un microscope thermique fournissant une carte de la température à l'échelle micro- ou nanométrique peut être un outil d'investigation de première importance dans les domaines de la microélectronique, mais aussi dans le domaine des MEMS/MOEMS. Le microscope que nous proposons est basé sur la mesure du flux radiatif émis dans l'infrarouge et sur la mesure de la dilatation locale de l'échantillon étudié. Du point de vue thermique, la particularité de ce microscope est qu'il détecte le champ proche radiatif émis par l'échantillon. La diffraction limite la résolution d'un microscope classique à la longueur d'onde d'investigation, typiquement quelques microns dans l'infrarouge. Dans notre cas une sonde située à proximité de la surface étudiée permet de rendre locale l'investigation. C'est la taille de cette sonde qui va limiter la résolution

du microscope. Le signal infrarouge est alors transmis vers un photodétecteur sensible entre 2 et 6 μm de longueur d'onde. Ce signal peut être détecté en statique pour réaliser une cartographie de la température ou à la fréquence de travail du dispositif étudié dans le cas d'échauffement par effet joule par exemple. La sonde est asservie topographiquement à la surface de l'échantillon par une méthode acoustique. Elle est placée à l'extrémité d'une poutre vibrante excitée à la résonance par un oscillateur. La fréquence de résonance de la poutre est modifiée par la présence de l'interaction entre la pointe et l'échantillon. C'est cette fréquence, mesurée par une boucle à verrouillage de phase, qui constitue le signal d'asservissement. L'asservissement assure des distances de travail de l'ordre de la centaine de nanomètres avec une résolution de l'ordre de la dizaine de nanomètres. Le système permet aussi la détection d'effet thermoélastiques par démodulation du signal d'asservissement à la fréquence d'excitation de l'échantillon. Les images résultantes fournissent des informations thermoélastiques à l'échelle locale. Ces images incluent les propriétés thermiques, les coefficients de dilatation et l'anisotropie mécanique de la structure. La résolution latérale en thermoélasticité peut atteindre la résolution latérale en topographie. Les images présentées ont été obtenues avec une pointe de type AFM (rayon d'environ 20 nm). Elles ont été obtenues sur un circuit intégré de type amplificateur opérationnel qui a été ouvert pour permettre l'accès à la puce. L'image topographique a été obtenue avec un microlevier vibrant à 65 kHz. Le circuit a été utilisé électriquement à une fréquence de 1,5 kHz ; l'image thermoélastique montre la même zone que précédemment, après détection synchrone à la fréquence de passage du courant. L'absence de doublement de fréquence (effet Joule) est justifiée par la présence d'une composante continue.

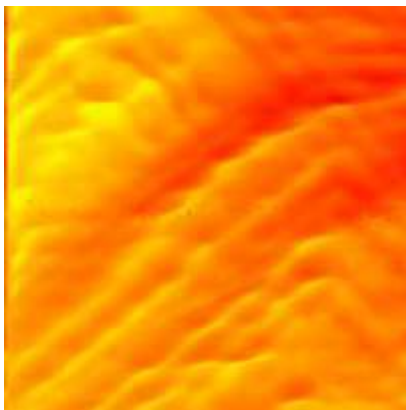


Image topographique d'une zone d'un circuit intégré (amplificateur opérationnel) en fonctionnement à la fréquence $f=1,5$ kHz ; dimensions : $100 \times 100 \mu\text{m}$ (dénivelé maximum : 200 nm)

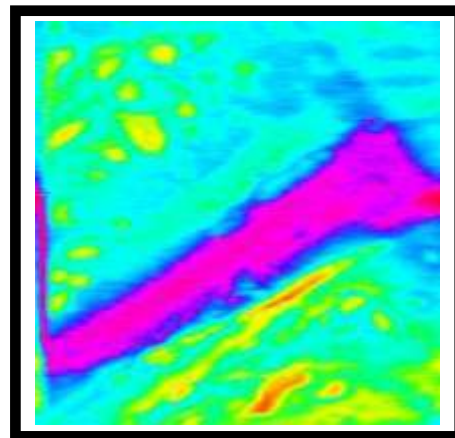


Image d'amplitude de la dilatation thermique de la même zone

Département d'Optique P.M. Duffieux de FEMTO – ST

Franche-Comté Electronique Mécanique Thermique et Optique - Sciences et Technologies
UMR 6174 CNRS - UFC - ENSMM – UTBM



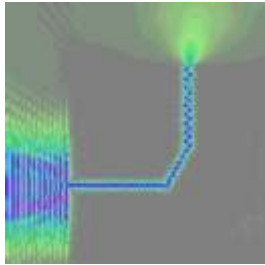
Directeur : **Daniel VAN LABEKE**
Département d'Optique FEMTO – ST, UMR 6174
UFR des Sciences, 16 Route de Gray
25030, Besançon Cedex, France
Tél : 03 81 66 64 00
Site WEB : <http://lopmd.univ-fcomte.fr/>

Equipe Nano-Optique et Champ Proche (NOCP)

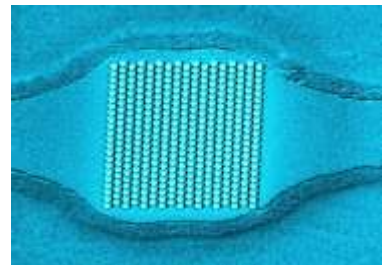
Responsable : **Daniel CHARRAUT**
Tél : 03 81 66 64 17
Mél : daniel.charraut@univ-fcomte.fr

Les activités de l'équipe relèvent de plusieurs thématiques de la micro- et de la nano-optique présentant des aspects théoriques et expérimentaux complémentaires. La ligne directrice des travaux théoriques concerne la mise en place de modèles théoriques et d'outils de simulation performants contribuant à la compréhension de la physique du champ proche optique, et facilitant la description et l'interprétation des expériences. L'expérimentation repose sur l'utilisation des techniques d'inspection en microscopie champ proche optique pour la caractérisation du champ électromagnétique dans des objets nanométriques, isolés ou organisés, et la propagation de la lumière dans des structures spécifiques. Depuis 2002, les activités ont été fortement orientées dans la direction de la nano-optique et de l'optique plasmonique, renforcées par le programme cristaux photoniques en niobate de lithium. Dans le domaine de la micro-optique et des microsystèmes, la stratégie de recherche est de proposer une plate-forme MOEMS originale qui exploite les avantages de l'instrumentation optique avec tout le potentiel des microsystèmes, et qui assure l'intégration et la miniaturisation ultime de fonctions photoniques associant le micro-usinage et la nanotechnologie. Les technologies développées intéressent la totalité de l'équipe du point de vue de la mise à disposition des procédés technologiques de fabrication spécifiques à ce domaine de recherche.

Les travaux théoriques, initialement basés sur la méthode de Rayleigh perturbative, reposent actuellement presque en totalité sur des méthodes plus rigoureuses (FDTD et RCWM). Nous disposons maintenant d'outils performants valides, permettant d'aborder la modélisation des conditions expérimentales allant de la propagation des champs dans des objets complexes, à la prise en compte des effets de couplage sonde-échantillon, au guidage de la lumière dans la sonde, et enfin à la description totale d'un microscope en champ proche. Plusieurs améliorations du code de calcul de la méthode FDTD ont été effectuées au laboratoire afin de le rendre utilisable dans une approche exploratoire pour la conception et la simulation des propriétés de structures photoniques complexes.



Les travaux expérimentaux sont eux aussi orientés vers la nano-optique. Cet intérêt ne provient pas seulement des possibilités offertes par les systèmes d'inspection, capables de détecter in situ les ondes évanescentes, mais également de la recherche de dispositifs et de fonctionnalités spécifiques en optique sub-longueur d'onde. Les nouvelles activités liées au développement des cristaux photoniques commandables en niobate de lithium en sont une illustration, mais également les travaux sur l'étude de la polarisation dans les systèmes imageurs en microscopie, ainsi que l'étude du champ électromagnétique au voisinage immédiat de nano-objets. Une des difficultés majeures vient de la réalisation des motifs et des structures, nécessitant la maîtrise des procédés technologiques de fabrication et d'usinage ultimes à cette échelle.



En 1998, l'équipe a développé un programme de recherche en MOEMS, Micro-Opto-Electro-Mechanical-Systems, combinant les technologies de micro-usinage silicium, l'optique intégrée et les microsystèmes. Depuis, cette thématique vise à réaliser des



nouveaux microsystèmes incorporant des fonctions optiques sur un même substrat, s'articulant autour de trois axes : le développement de technologies de base nécessaires à l'intégration des microsystèmes optiques, la réalisation de microcapteurs opto-mécaniques sur silicium et la réalisation des nanocapteurs pour la microscopie optique. Après une phase de consolidation, cette thématique s'est renforcée grâce aux nombreuses et fructueuses collaborations universitaires et industrielles, permettant de créer un groupe de recherche, doté d'une nouvelle technologie pour l'optique intégrée à base de silicium compatible MEMS et nous démarquant des programmes développés dans les autres centrales de technologie.

Laboratoire de Physique et de Spectroscopie Électronique (LPSE)

Directeur: Professeur D. Bolmont

Université de Haute Alsace - CNRS UMR 7014
4, rue des Frères Lumière - 68093 Mulhouse Cedex

Tél: 03 89 33 63 44

Fax: 03 89 33 60 83

Mél : direction.lpse@uha.fr

web:<http://www.lpse.uha.fr>

Correspondant : Philippe Sonnet

Mél : p.sonnet@uha.fr

Tél: 03 89 33 64 24

Le LPSE est un laboratoire de recherches fondamentales et appliquées dans le secteur des matériaux de la filière microélectronique à base de silicium et composés. Ces thèmes de recherche sont :

- l'étude des propriétés électroniques et structurales des surfaces et interfaces.
- l'élaboration et caractérisation d' hétérostructures et nanostructures semiconductrices et magnétiques.

Groupe «Siliciures et Couches Minces Magnétiques »

G. Gewinner, P. Wetzel, M.C. Hanf, C. Krembel, F. Dulot, A. Mehdaoui, D. Berling, J.C. Peruchetti, R. Stephan (Doctorant) et S. Zabrocki (Doctorant).

L'activité centrale du groupe repose sur l'étude des conditions de croissance par épitaxie par jets moléculaires de couches minces et ultra-minces métalliques et semiconductrices sur substrats semiconducteurs ou métalliques. Nous nous intéressons aux propriétés structurales, électroniques et magnétiques de ces films.

Les thèmes principaux abordés sont l'étude des:

- 1) Métaux de transition sur substrats nobles.
- 2) Couches minces magnétiques sur silicium.
- 3) Siliciures de métaux de transition et de terres rares.

Nous disposons de deux bâtis ultra-vide permettant la croissance de couches minces et leurs caractérisations in-situ (XPS, XPD, UPS, LEED, SPA-LEED, ISS et VT-STM) ainsi que d'un montage de mesure magnéto-optique Kerr ex-situ pour les caractérisations magnétiques.

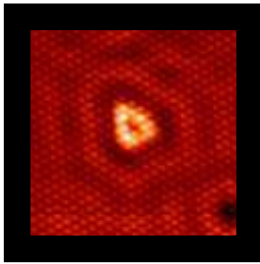
Groupe « STM/STS basse température »

L. Simon, D. Aubel, J.C. Peruchetti et F. Vonau (Doctorant)

Nous disposons dans ce groupe récemment constitué, d'un STM Omicron 300K-4K connecté à un ensemble d'enceintes ultravides dotées de moyens de caractérisations globales de surface (XPS, UPS, LEED) et d'une enceinte de préparation (MBE Si, cellules Knudsen Ge, Si, Er et une cellule basse température pour le dépôt de supramolécules).

L'accent est mis sur la technique STM avec spectroscopie locale (STS) et imagerie de densité d'états localisés (LDOS) par la technique Lock-in.

Les principaux thèmes abordés sont:

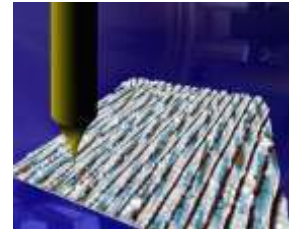


Etude du gaz d'électrons bidimensionnel ErSi_2 en utilisant les ondes de densité de charges par la technique de transformée de Fourier d'images d'ondes stationnaires.

(Ref: ***Fermi contour imaging of the two dimensional ErSi_2 by Fourier transform STM***, F. Vonau et al. Phys. Rev. B 69, 081305(R) (2004))

Etude des processus d'autoassemblage de supramolécules sur surface d' Au(111).

(Ref: ***Evolution of Multilevel Order in Supramolecular Assemblies***, F. Vonau et al. Phys. Rev. Lett. 94, 066103 (2005)).



Contact: l.simon@uha.fr

Groupe "Matériaux et hétérostructures à base de composés Si-Ge-C"

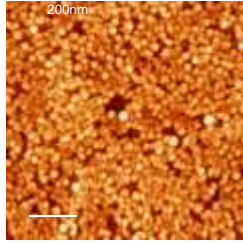
J.L. Bischoff, D. Dentel, M. Derivaz et L. Kubler

Dans le cadre de l'évolution vers les nanotechnologies, la nécessité d'une recherche fondamentale sur les modes de croissance pouvant impliquer un contrôle naturel des tailles et densités de nano-objets est de plus en plus évidente. La thématique du groupe, qui s'inscrit dans ce contexte porte sur l'élaboration et l'étude d'hétérostructures à base de Si, Ge et C (structures IV-IV). Le travail expérimental est réalisé sur un bâti ultravide équipé pour la croissance MBE et de différentes techniques complémentaires pour les analyses de surface (diffraction d'électrons - RHEED, LEED - et photoémission angulaire).

Notre activité porte essentiellement sur l'étude des propriétés structurales et électroniques de boîtes quantiques de Ge déposées initialement sur Si(001)-2x1, sur Si(001)-c(4x4) (générée par adsorption de carbone) et plus récemment sur 4H-SiC(0001), semi-conducteur à grand gap. Notre objectif est de mieux cerner les interactions substrat-dépôt en étudiant le rôle du substrat sur la morphologie de croissance du Ge mais aussi en investiguant les modifications du substrat subies lors du dépôt.

Afin d'améliorer les propriétés de confinement des boîtes quantiques de Ge, nous envisageons de les faire croître sur une couche cristalline fortement diélectrique. L'étude préalable et indispensable d'élaboration de diélectriques high-K cristallins, en

épitaxie avec le substrat de Si, nous amènera à ouvrir de nouveaux axes de recherche.



Observation AFM (1mmx1mm) d'un dépôt de 3 monocouches de Ge sur 4H-SiC(0001)-(6 ÷ 3x6 ÷ 3) à température ambiante et suivi d'un recuit à 600°C. On constate la coexistence "d'oignons" de carbone graphite avec des îlots de Ge (h^a 10 nm et $!^a$ 30 nm).

Groupe « Microscopie et Spectroscopie en champ proche »

C. Pirri, G. Garreau, J. L. Bubendorff et S. Hajjar (ATER)

Notre jeune équipe s'intéresse à certains aspects fondamentaux de ces nano-objets tels que la taille, la forme géométrique, la structure cristallographique, les propriétés électroniques ainsi que les relations entre ces différents aspects. Notre objectif principal est non seulement de regarder les propriétés électroniques "globales" d'un échantillon constitué d'un très grand nombre de ces objets à l'aide des techniques "classiques" de photoémission (XPS, UPS) ainsi que diffusion d'ions (ISS) et diffraction d'électrons (LEED) mais aussi de visualiser les surfaces par microscopie en champ proche (STM et AFM) ainsi de déterminer les densités d'états électroniques sur un objet pris individuellement ou lorsque l'échantillon présente des phases à une échelle très locale difficilement analysables par les méthodes globales. Les systèmes d'études vont de la préparation et la caractérisation de substrat à base de silicium susceptibles d'accueillir des nano-objets magnétiques.

Groupe « Calculs et Simulations numériques »

L. Stauffer, M. Habar, Ph. Sonnet et Mikhail Mamatkoulov (Doctorant)

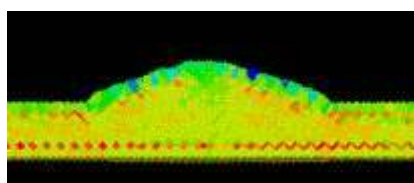
Notre groupe s'intéresse particulièrement :

-aux nanostructures tridimensionnelles de germanium épitaxiées sur Si(001) ou sur SiC, aux clusters et aux nanofils de germanium sur Si(111)

-aux molécules organiques adsorbées sur substrat de silicium ou métallique

Différentes méthodes de calculs sont utilisées (méthodes Monte-Carlo, méthode de Hückel étendue et fonctionnelle de la densité) permettant de réaliser des études énergétiques et structurales sur des systèmes dont le nombre d'atomes peut varier de quelques dizaines à une centaine de millier d'atomes. Nous calculons également des propriétés telles que la composition et les champs de contraintes dans les nanostructures, ou des images STM dans le cas des molécules adsorbées sur substrat.

Les tendances observées à partir des simulations sont ensuite comparées aux données expérimentales obtenues au laboratoire.



Champs de contraintes dans les îlots de germanium épitaxiés sur Si(001) (Ph. Sonnet *et al.* *App. Phys. Lett.* **85** (2004) 203)



Laboratoire de Microscopies et d'Etudes de Nanostructures

EA 2061 - Université de Reims Champagne Ardenne,
21 rue Clément Ader, 51685 REIMS Cedex 2, France.
Directeur: Professeur Michel TROYON
Mél: michel.troyon@univ-reims.fr
Site web : www.univ-reims.fr/Labos/LMET/

Méthodologies développées au laboratoire

- " **Imagerie et caractérisation des propriétés nanomécaniques des matériaux.**
 - Par modulation de force latérale en AFM
 - Par modulation de force magnétique en AFM
 - Par les techniques de nanoindentation

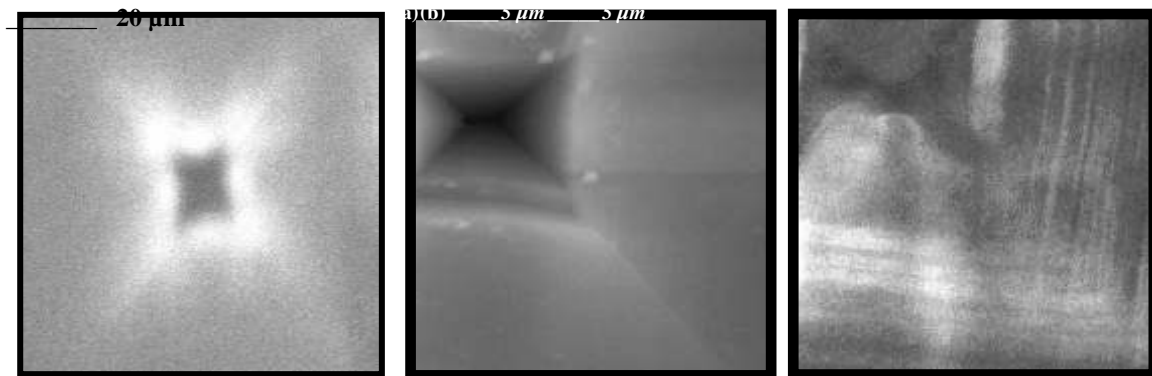
- " **Association microscopie à force atomique / microscopie à balayage (AFM / MEB):**
 - Cette association permet une caractérisation multidimensionnelle des surfaces avec une résolution nanométrique

- " **Microscopie et spectroscopie en champ proche optique.**
 - *Cathodoluminescence en champ proche optique.*
Réalisation d'un appareil combiné AFM / SNOM / MEB permettant d'acquérir une image d'électrons secondaires (MEB) et une image de luminescence (SNOM) simultanément avec la topographie de surface (AFM). Les domaines d'applications sont:
 - Etudes des semiconducteurs grand gap III-V: GaN / Si, boîtes quantiques AlGaN / GaN et InGaN / GaN, nanofils de GaN.
 - Etudes de matériaux semiconducteur dopés F, Al, Sn, préparés par spray pyrolysis: ZnO,
 - ZnS. Matériaux isolants: MgO, fluorure dopé Er.
 - *Etude des matériels biologiques en solution*
Combinaison d'un microscope à champ proche optique et d'un microscope confocal pour des études de microspectrofluorimétrie.

- " **Implantation Ionique et Semiconducteurs.**
 - Analyse structurale par microscopie électronique à transmission de coupes transversales de semi-conducteurs (Si, Ge, AsGa) implantés par des ions de moyenne énergie (<200keV).

- " **Croissance d'interface et propriétés physiques des couches minces.**

- Etude de la relation mode de croissance / topographie des couches minces électrodéposées (Co, Ni, Fe) par AFM. Des matériaux de type semiconducteurs issus de diverses autres préparations telles que a-Si (CVD), CdS et ZnO pur et dopé (spray) font aussi l'objet des mêmes études.
- Etude des relations quantitatives entre les propriétés topographique des matériaux précédents et leurs propriétés physiques spécifiques, notamment leurs propriétés ferromagnétiques pour Co, Ni, Fe et leurs alliages binaires.



A gauche, image d'un cristal de MgO indenté obtenue avec un système de cathodoluminescence classique détectant en champ lointain. Au centre, image topographique AFM et à droite image de luminescence obtenue avec notre système AFM/SNOM/MEB. Des bandes de glissement qui n'apparaissent pas dans l'image de gauche sont révélées grâce à la détection en champ proche.



Directeur du LNIO (FRE 2671) : Pascal ROYER
LNIO / UTT - BP 2060
10010 TROYES Cedex
Tel : 03-25-71-56-64
Fax : 03-25-71-56-75
Site LNIO : www-lnio.utt.fr

Activités scientifiques du LNIO :

Le thème de recherche du LNIO concerne la microscopie et la spectroscopie optique en champ proche (SNOM : Scanning Near Field Optical Microscopy). Ce nouveau domaine de l'optique permet de caractériser les propriétés physico-chimiques des surfaces avec une résolution typiquement de quelques dizaines de nanomètres bien inférieure à celle de l'optique classique limitée par la diffraction. Les recherches du laboratoire concernent aussi bien la compréhension des nouveaux phénomènes physiques mis en jeu dans ce type de microscopie, que l'étude, la conception et la réalisation de différentes configurations expérimentales associées à diverses applications. Actuellement, le laboratoire affiche quatre axes principaux de recherche directement liés à l'optique de champ proche ainsi que deux axes transversaux pouvant répondre à des besoins issus des axes principaux:

- Axes principaux :

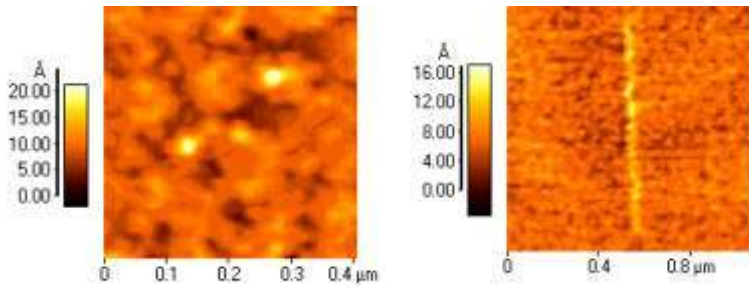
- 1 - Spectroscopie optique en champ proche : fluorescence, Raman (SERS)/plasmons de surface
- 2 - Nanophotolithographie : polymères - matériaux à transition de phase
- 3 - Etudes locales de composants et structures pour l'optoélectronique et la photonique
- 4 - Théorie et modélisation du champ proche optique

- Axes transversaux :

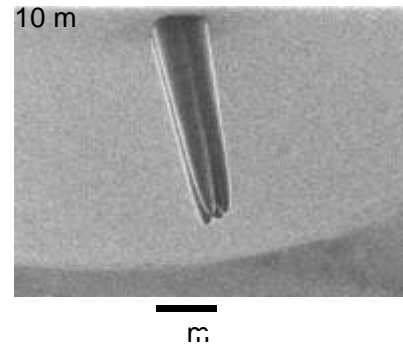
- 5 - Réalisation de nano-objets tests par lithographie électronique
- 6 - Intégration de composants polymères sur fibre optique par photo-polymérisation à radicaux libres

Dans le domaine de la microscopie en champ proche, le LNIO a choisi de se spécialiser dans un des deux principaux types de configuration expérimentale SNOM dite à sonde sans ouverture ou sonde diffusante. Cette famille de microscopie optique en champ proche est la plus récente, elle est apparue vers 1994. Son principe consiste à éclairer l'échantillon à étudier au moyen d'un faisceau laser focalisé, et à approcher à quelques nanomètres de la surface une sonde métallique ou semi-conductrice (par exemple une sonde AFM commerciale en silicium) afin de réaliser l'interaction sonde-surface-champ proche. La sonde diffracte alors localement les ondes évanescentes, et les ondes diffractées sont collectées en champ lointain par différents systèmes (fibre optique, objectif de microscope), sous différents angles. Le balayage de la surface par la sonde, à distance constante grâce à un asservissement de type AFM, fournit simultanément une image optique à haute résolution et une image topographique (signal AFM) de la même zone.

Outre nos recherches tant expérimentales que théoriques sur la formation des images en champ proche, plusieurs applications de ces microscopes parmi les axes cités précédemment ont été validées ces dernières années au LNIO.



Couple de plots (! 30 nm) et ligne (larg. 30 nm) en matériau polymère réalisés par photopolymérisation de résine photosensible(axe 2)



Filtre modal réalisé par empreinte par photopolymérisation d'un mode LP21 en (axe 6) extrémité de fibre optique

Département CREST de FEMTO – ST

Franche-Comté Electronique Mécanique Thermique et Optique - Sciences et Technologies
UMR 6174 CNRS - UFC - ENSMM – UTBM



Equipe "Surfaces, Interfaces, Nanostructures" de Montbéliard

Directeur du CREST : Prof. J.Pierre PRENEL
Tél : 03 84 57 82 00

Correspondant : Prof. J.Claude LABRUNE
BP 71427
25211 MONTBELIARD CEDEX
Tél/fax : 03 81 99 46 10

Mél : Jean-Claude.Labrune@pu-pm.univ-fcomte.fr

Les thématiques de l'Équipe SINA concernent l'élaboration et la caractérisation

- " de couches minces et de nanostructures élaborées sous ultravide sur surfaces semi-conductrices
- " et de revêtements nanostructurés élaborés par pulvérisation cathodique magnétron.

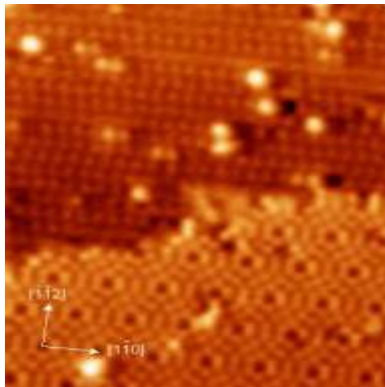
Des calculs théoriques sont effectués pour interpréter les images observées en microscopie à effet tunnel et simuler les propriétés physiques des matériaux obtenus.

I / THEME "SURFACES, INTERFACES ET NANOSTRUCTURES"

Les travaux sur ce thème concernent le domaine des nanotechnologies en vue d'applications pour la micro-électronique. Des couches ultra-minces et des nanostructures sont élaborées par évaporation sous ultravide sur substrat semi-conducteur. Elles sont ensuite étudiées par microscopie à effet tunnel (STM), diffraction d'électrons lents (LEED), photoémission UV et calculs *ab initio*, dans le but de caractériser leurs propriétés cristallines et électroniques.

I-1/ Etude des tout premiers stades de croissance de siliciures de terres rares sur silicium (111)-7x7

Après avoir étudié l'interface Er/Si(111), l'équipe s'est intéressée au samarium, terre rare capable de modifier sa valence en fonction de son environnement. Elle peut en effet passer d'une configuration divalente à trivalente lorsque le taux de recouvrement évolue entre 0 et 1 mono-couche atomique. Le diagramme de phase complet du système Sm/Si(111) a été établi.



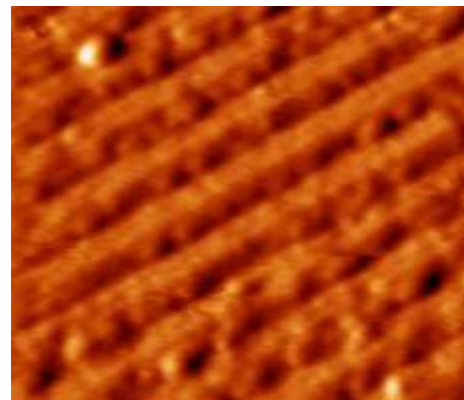
Parmi les nombreuses reconstructions observées sur cette plage de recouvrement en samarium, certaines présentent un caractère uni-dimensionnel à l'échelle nanométrique. La ci-contre figure montre une reconstruction en (3x2). En utilisant les résultats obtenus en LEED, photoémission ARUPS (collaboration avec l'institut de Physique de Neuchâtel) et simulation d'images STM (collaboration avec le KRISS de Corée), il a été possible de proposer des modèles structuraux pour ces reconstructions unidimensionnelles en (nx1) et (nx2).

Les modèles utilisent des combinaisons de chaînes d'atomes de silicium disposés en nids d'abeille (HCC) et en zigzag (chaînes de Seiwatz), entre lesquelles se fixent les atomes de samarium. Pour des taux de recouvrement supérieurs à la demi-monocouche, on obtient des siliciures 2D et 3D, ces derniers présentant des champs de contrainte. Le mode de croissance observé est proche de celui de Stranski-Krastanov.

I-2/ Auto-assemblage de nanofils sur l'interface Sm/Si(111)

Les structures 1D, en tant que surfaces pré-structurées, peuvent être mises à profit pour réaliser des nanofils. Nous avons ainsi pu élaborer des nanofils de plomb et de fer pour des taux de recouvrement très faibles (0,013 monocouche).

Les nanofils de plomb que nous avons réalisés (image ci-contre) ont une quarantaine de nanomètres de long et une périodicité d'environ 4 nanomètres. Nous avons montré que certaines des reconstructions 1D ne sont pas favorables énergétiquement à la réalisation de telles nanostructures. Pour le plomb, seule la reconstruction en (7x1) permet d'obtenir des nanofils stables en température et dans le temps.

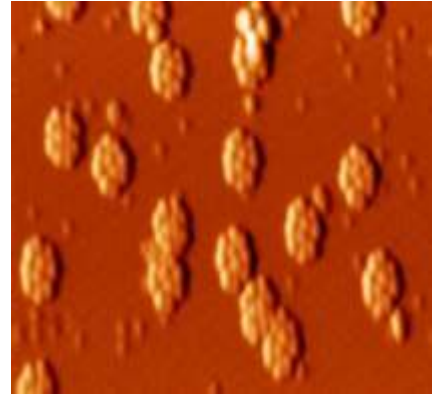


La maîtrise dans l'élaboration de telles nanostructures ouvre la voie à la réalisation de nano-antennes. De tels travaux, très en amont, s'inscrivent dans l'axe transversal « nano-antennes » de FEMTO-ST.

I-3 / Auto- assemblage dirigé de molécules

La conception et l'utilisation d'entités moléculaires dotées de fonctions électroniques et capables de s'auto-organiser sur une surface représentent un défi technologique important. Ces entités nanométriques pourraient être utilisées comme composants actifs dans des circuits électroniques ou constituer des réseaux de fils d'interconnexions. L'objectif du projet est alors de créer et de caractériser des édifices moléculaires parfaitement auto-organisés sur des surfaces de monocristaux.

Notre groupe est engagé, depuis l'été 2004, dans des collaborations avec le L2MP de Marseille et le CEMES de Toulouse pour l'étude par microscopie à effet tunnel de molécules déposées sur semi-conducteur (phthalocyanines et porphyrines). L'image ci-contre montre un des résultats prometteurs que nous avons obtenus avec des porphyrines de cuivre sur une surface de silicium dopé bore.



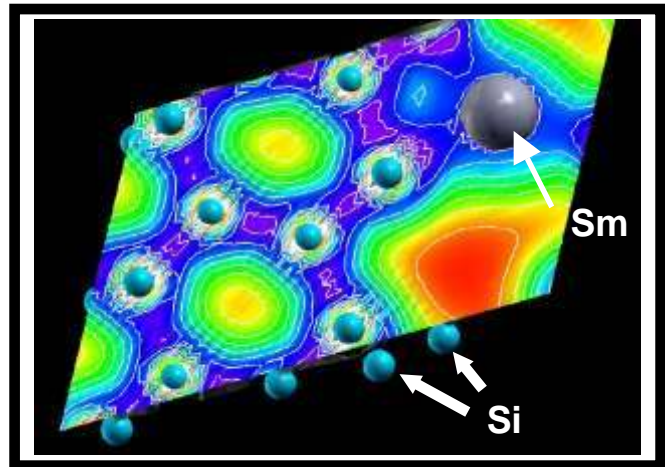
I-4/ Étude par microscopies à champ proche des processus dissociatifs induits par des électrons de basses énergies sur l'ADN

Ce travail s'effectue en collaboration avec le LMN de Besançon et le LPR de Sherbrooke (Canada). L'étude des conditions qui président au dépôt d'un brin d'ADN sur une surface et à l'obtention d'une conformation et d'un type de liaison donnés du brin avec cette surface est un sujet en pleine activité. Le passage d'une radiation génère une quantité importante d'électrons secondaires dans une cellule dont il est essentiel de comprendre et de quantifier les effets pour être en mesure de fabriquer des radio-sensibilisateurs. L'observation, en microscopies à champ proche AFM et STM sous ultraviolette, de molécules d'ADN irradiées par des électrons de basse énergie doit permettre la mesure des sections efficaces des électrons et compléter les théories existantes.

I-5/ Simulations numériques

Un élément important de la nanotechnologie est la compréhension et le contrôle des propriétés des structures au niveau atomique et moléculaire. Un cadre théorique est exigé pour permettre de modéliser et prévoir les propriétés de ces structures. Il faut également coupler cette approche théorique avec des outils expérimentaux. Les calculs *ab initio* de type DFT (Density Functional Theory) permettent d'étudier simultanément l'organisation atomique (géométrie et ordre chimique) et la structure électronique de la matière. Cependant, cette approche très précise se limite à de tous petits agrégats ou à des systèmes périodiques. Cette technique reste cependant dans l'approximation de la densité locale une approche performante pour calculer les propriétés de l'état fondamental d'une vaste classe de matériaux.

En couplage avec le microscope à effet tunnel qui nous permet de mesurer les courants électroniques à l'échelle atomique, nous pouvons donc accéder aux propriétés des agrégats déposés sur les surfaces. La comparaison théorie-expérience permet ainsi de progresser dans la compréhension de la physique des surfaces et d'assurer un développement plus rapide des nanomatériaux.



Dans le cadre d'une approche plus fondamentale, nous avons étudié les interfaces Er/Si et Sm/Si. Sur l'image ci-dessus, nous avons déterminé les densités électroniques en surface de la structure 3X2 obtenue pour l'interface Sm/ Si(111). Elle nous permet de comprendre l'existence d'une absence de densité électronique près de l'atome de Sm.

Institut de Physique et Chimie des Matériaux (IPCMS) UMR 7504

Directeur : Marc Drillon

Correspondant : Jean-Pierre Bucher

Tel : 03 88 10 70 96

Email : bucher@ipcms.u-strasbg.fr

L'IPCMS est un centre de recherche à vocation pluridisciplinaire tourné vers l'élaboration et l'étude de nouveaux matériaux à propriétés magnétiques ou optiques spécifiques. Il regroupe des chimistes et physiciens qui ont su conjuguer leurs compétences pour ouvrir de nouveaux champs d'investigation, tout particulièrement dans le domaine des nanosciences. Les travaux expérimentaux et théoriques réalisés à l'Institut relèvent dans une large mesure de la recherche fondamentale et visent à la compréhension des mécanismes chimiques et physiques à la base des propriétés macroscopiques observées. Le développement des nanomatériaux et nanosciences constitue pour le laboratoire un enjeu fort.

Auto-organisation de clusters magnétiques

Jean-Pierre.Bucher@ipcms.u-strasbg.fr

Une part importante des investigations concernent la nucléation et la croissance sur des gabarits atomiques. En particulier, les reconstructions de surface sont exploitées pour faire croître des clusters magnétiques auto-organisés qui possèdent la structure de spin requise pour l'enregistrement de l'information de haute densité et les capteurs (chaque cluster peut porter 1 bit d'information). Le but est d'étudier les limites pour lesquelles le retournement est de nature quantique ou activé thermiquement.

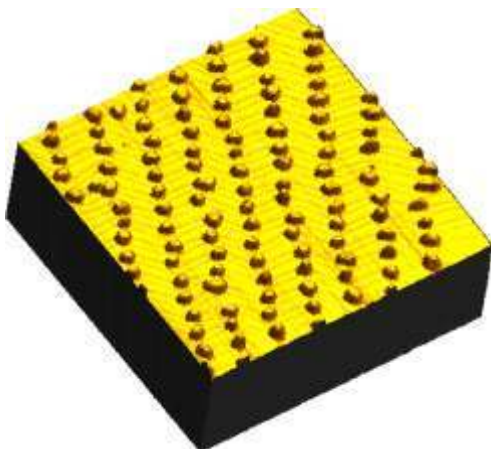
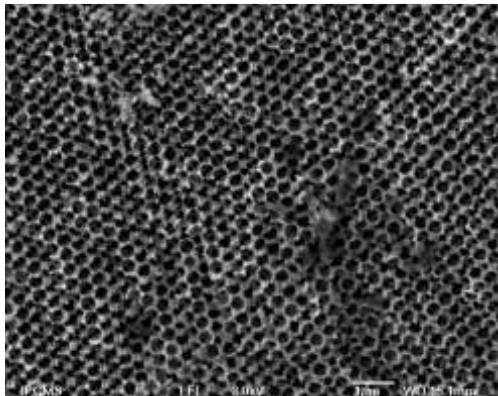


Image STM (300 nm \times 300 nm) de clusters de cobalt de 200 atomes chacun auto-organisés sur Au(111).

Matériaux à bande interdite photonique

Jean-Luc.Rehspringer@ipcms.u-strasbg.fr

Construction d'opales de silice et d'opales inverses de Co, Ni, TiO₂, ZrO₂. Photon band gap engineering. Masquage de surface par des nappes de billes puis dépôt métallique par MBE et dissolution des billes. « Patterning » de surface pour la synthèse de cristaux photoniques de symétrie cubique.

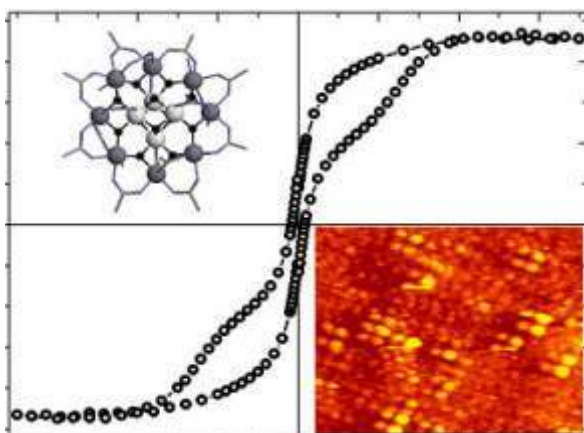


Opale inverse obtenue par dépôt électrochimique dans les interstices puis dissolution de la silice

Auto-assemblage d'aimants moléculaires

Jean-Pierre.Bucher@ipcms.u-strasbg.fr

Les progrès en électronique de spin et dans l'enregistrement de l'information dépendent fortement de la mise au point de nanostructures avec des tailles de quelques atomes. La chimie de coordination rend possible la synthèse de clusters avec un nombre défini d'ions de métaux de transition qui se comportent comme des petits aimants. Les propriétés à la fois classiques et quantiques de ces aimants élémentaires suggèrent d'ailleurs leur application dans des ordinateurs quantiques. Des monocouches greffées de nanoaimants moléculaires de Mn₁₂Piv₁₆ ont été réalisées. A terme, un adressage des molécules individuelles par des techniques de champ proche sera possible.



Courbe d'aimantation obtenue par SQUID d'une monocouche de clusters de Mn₁₂. Image STM correspondante.

Propriétés magnétiques locales

Jean-Pierre.Bucher@ipcms.u-strasbg.fr

L'exploration des propriétés magnétiques, optiques et de transport de nanostructures magnétiques (petites particules, plots, fils) organisées sur les surfaces nécessite la mise au point de techniques à résolution spatiales. Notamment, la microscopie à force magnétique (MFM) permet une étude détaillée des domaines magnétiques et de leur retournement.

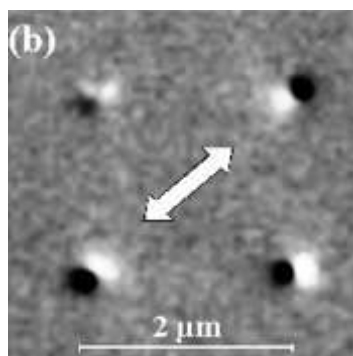


Image MFM de dots de Co de 200 nm électro-déposés dans un template de silicium structuré par FIB. On voit clairement les dipôles des nanoaimants

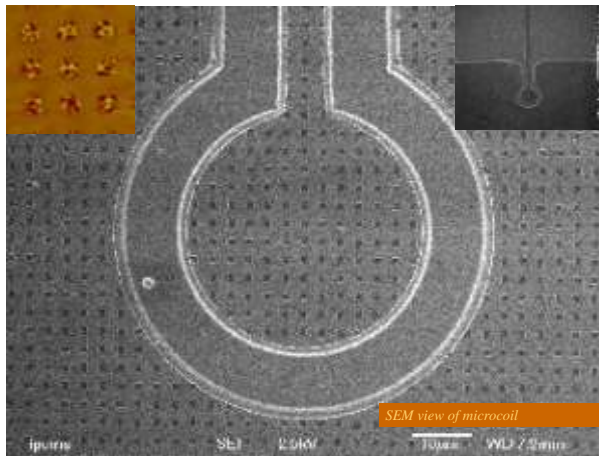
Nous sommes parvenus récemment à étendre la résolution de la résonance ferromagnétique (FMR) dans le domaine nanométrique par l'utilisation de techniques en champ proche. Une pointe spéciale est utilisée pour produire une modulation thermique locale de l'échantillon, le changement de puissance microonde est alors mesuré via un pont de mesure. Cette sonde à contact glissant permet de mesurer simultanément, de manière locale, la magnétorésistance qui fournit les anisotropies magnétiques.

Dynamique de spin des nanostructures magnétiques

E. Beaurepaire eric.beaurepaire@ipcms.u-strasbg.fr

J.-Y. Bigot bigot@ipcms.u-strasbg.fr

Les nanostructures magnétiques sont des objets modèles pour l'enregistrement haute densité. On s'attend à observer des propriétés magnétiques différentes de celles du volume lorsque les dimensions des objets sont inférieures aux échelles caractéristiques du magnétisme : dimension des domaines (0.1-10μm), longueur de diffusion des spins (10-200nm) ou largeur de parois de domaine (~10nm). Nous nous intéressons à l'étude des processus d'aimantation en régime statique et dynamique (jusqu'à la femtoseconde) de plots réalisés par lithographie électronique (dimensions latérales 100nm-1μm) à partir de films multicouches (Co/Pt)_n.



Réseau de plots $(\text{Co/Pt})_n$ « incrustés » dans des micro-bobines (épaisseur de Cu : $1,2 \mu\text{m}$) servant à exciter les dynamiques d'aimantation. En haut à gauche : image MFM des plots désaimantés.

Nanostructuration par irradiation sélective

V. Pierron-Bohnes

Veronique.Pierron-Bohnes@ipcms.u-strasbg.fr

D. Muller (PHASE)

Dominique.Muller@phase.c-strasbourg.fr

L'alliage ordonné CoPt présente une très forte anisotropie magnéto-cristalline. La nanostructuration a été entreprise sur ce système par lithographie et gravure et aussi de manière sélective par irradiation aux ions He^+ de 40 keV, à travers un masque de platine (réseau de plots de 1mm^2 , réalisé par lithographie électronique sur le film de CoPt). L'irradiation permet de désordonner l'alliage et on peut ainsi obtenir une modulation locale des propriétés magnétiques du matériaux, après le traitement, le masque de Pt est retiré grâce à une attaque chimique. Les mesures magnétiques montrent que l'on obtient par cette technique un réseau de plots magnétiquement « durs » dans une matrice « douce ». Un des intérêts potentiel de cette méthode est la faible rugosité de surface (3 nm) de l'échantillon ainsi nanostructuré.

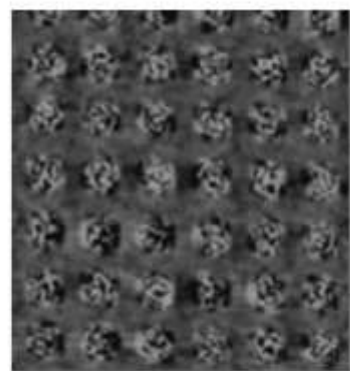
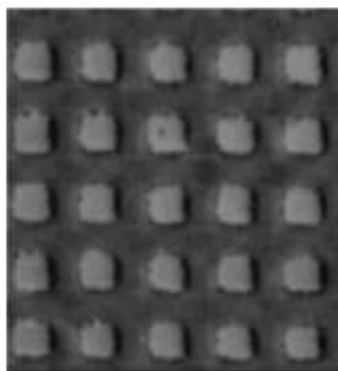
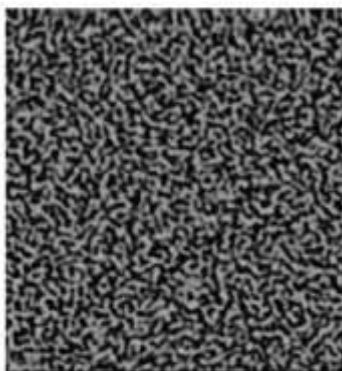


Image MFM ($10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$) pour un film monocristallin ordonné CoPt ; de gauche à droite : structure en domaines magnétiques de l'état désaimanté du film, après irradiation dans l'état rémanent, après irradiation dans l'état désaimanté (les zones protégées de l'irradiation présentent une structure en domaines similaire à celle du film de départ).

Propriétés de transport et magnétorésistance

V. Da Costa (AFM conducteur)

Victor.Dacosta@ipcms.u-strasbg.fr

Y. Henry (magnéto-transport)

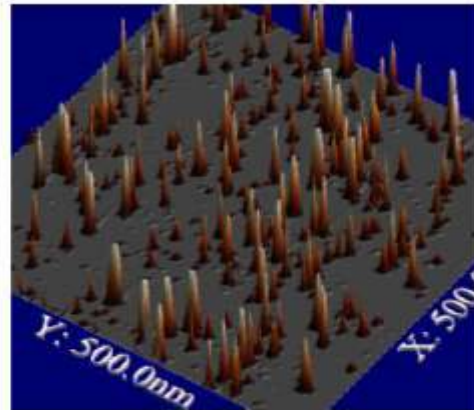
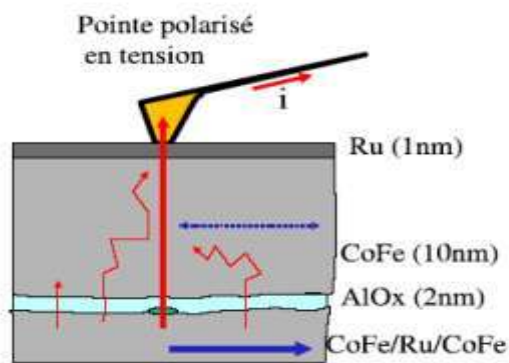
Yves.Henry@ipcms.u-strasbg.fr

D. Stoeffler (théorie)

Daniel.Stoeffler@ipcms.u-strasbg.fr

En collaboration avec le LPM (Nancy).

Les aspects fondamentaux du transport polarisé en spin pour des jonctions tunnels simples et doubles, qui sont des objets intéressants pour l'électronique de spin (M-RAM), ont été étudiés du point de vue expérimental et théorique. Les caractéristiques courant-tension des doubles barrières présentent de fortes asymétries et différents régimes de transport ont été identifiés : transport par électrons chauds ou résonances dues au confinement quantique. Les propriétés statistiques du courant tunnel sont étudiées à l'échelle nanométrique par des mesures d'AFM conducteur.



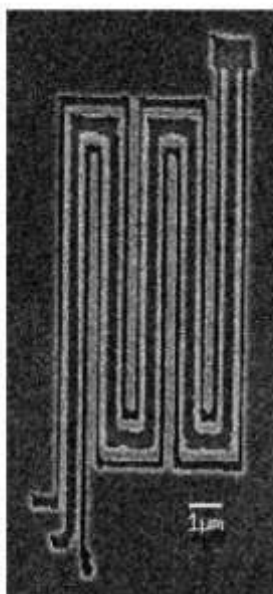
Cartographie du courant tunnel d'une jonction à magnétorésistance tunnel

Spectroscopie d'onde de spin

M. Bailleul

Matthieu.Bailleul@ipcms.u-strasbg.fr

Les ondes de spin sont les excitations élémentaires des systèmes ferromagnétiques. Leur observation renseigne sur le champ effectif vu par les spins. Dans les nanostructures, certains modes d'onde de spin sont très sensibles au confinement magnétique et à l'inhomogénéité de la structure d'aimantation. Un spectromètre large bande a été développé utilisant des micro-antennes hyperfréquences d'excitation et de détection en couplage inductif avec un film magnétique. La sensibilité du spectromètre devrait permettre d'étudier des objets d'extension latérale de l'ordre de $1\mu\text{m}^2$.



Antenne inductive réalisée par lithographie électronique et utilisée pour l'excitation d'ondes de spin.