



<b>Experiment title:</b> Etude par GISAXS et GIXD in situ du facettage auto-organisé de la surface de W(111) induit par adsorption de Pt. GISAXS and GIXD in situ stud...	<b>Experiment number:</b> 32-3-67	
<b>Beamline:</b>	<b>Date of experiment:</b> from: 02 October 2002                      to: 10 October 2002	<b>Date of report:</b> 14/10/2002
<b>Shifts:</b> 25	<b>Local contact(s):</b> Dr Gilles RENAUD (e-mail: renaud@drfmc.ceng.cea.fr)	<i>Received at ESRF:</i>
<b>Names and affiliations of applicants (* indicates experimentalists):</b> Dr Gilles RENAUD; Dr. Remi LAZZARI; PhD Frederic LEROY; Pr Theodore, E. MADEY; Marion NOBLET		

Il a été montré par l'équipe de Ted Madey [<sup>i,ii</sup>] qu'un dépôt d'environ une mono-couche de Pt sur une surface de W(111) se traduit, pour une température de recuit supérieure à 700K, par une transition remarquable surface plane/surface facettée (facettes {211}). Ce bouleversement morphologique en nano-pyramides triangulaires a été caractérisée par de nombreuses techniques : en champ proche (STM,AFM) ainsi qu'en LEED et en LEEM [<sup>iii</sup>]. Cependant, manque encore une caractérisation des tous premiers stades de nucléation des nano-pyramide et de leur organisation à grande distance.

Dans la présente étude, pour examiner ces deux aspects, nous avons combiné deux techniques de caractérisation *in situ*: la diffraction des rayons X en incidence rasante (GIXD) ainsi que la diffusion centrale des rayons X en incidence rasante (GISAXS)[<sup>iv,v</sup>]. Un effort particulier a été porté sur la mise en évidence de corrélations spatiales entre les pyramides ainsi que sur leur morphologie.

Le substrat de W(111) a été préparé par des cycles de recuits (1600K) sous atmosphère d'oxygène ( $5.10^{-7}$  mbar) suivis de flashes à haute température (>2300K) en ultravide afin d'éliminer le carbone de la surface, principale impureté de volume ségrégeant en surface [<sup>vi</sup>]. La présence de moins de 1% de carbone en surface avant le dépôt de Pt a été contrôlée par spectroscopie d'électrons Auger (AES). Plusieurs dépôts de Pt de l'ordre de la monocouche ont été effectués à une vitesse de dépôt de l'ordre de 0.04 Å/min, calibrée à l'aide d'une micro-balance à quartz (précision 10%). Le dépôt a également été contrôlé *in situ* par la mesure des oscillations de croissance d'un pic de diffraction en condition d'anti-Bragg. Il a été interrompu à différents stades pour faire de l'AES afin de préciser la quantité exacte de matière déposée en comparant l'intensité des pics Auger du Pt (64 eV) et du W(169eV).

Des recuits *in situ* isochrones de 5' à des températures croissantes ont ensuite été réalisés, puis la structure atomique de la surface et sa morphologie caractérisées par GIXD et GISAXS après retour à température ambiante. Une caractérisation aussi quantitative que possible du facettage de la surface à l'échelle nanométrique a été conduite en GISAXS, en allant aussi loin que possible aux 'petits angles', en faisant des mesures pour de nombreuses orientations azimutales différentes et en se plaçant à différents angles d'incidence autour de l'angle critique .

### Mesures GISAXS

Les mesures de GISAXS confirment le facettage de la surface en nanopyramides triangulaires. La symétrie trois du système étudié se traduit par une diffusion asymétrique par les facettes [Fig.1]. La mesure d'un angle de 19,5° entre les tiges de diffusion et le faisceau spéculaire montrent clairement qu'elles sont du type {211} [Fig.1]. D'un point de vue fondamental, le dédoublement des tiges de diffusion pour des angles d'incidences voisins de l'angle critique met en évidence les effets prévus par la théorie de la diffusion DWBA dans cette géométrie [<sup>vii</sup>].

Les tous premiers stades de la croissance montrent également la présence de corrélations spatiales entre les pyramides (~15nm) [Fig.2]. Une étude de l'ordre selon différents azimuts a été conduite. Elle nous permettra de caractériser l'existence de directions privilégiées d'organisation. Au cours des recuits, la diminution de la largeur et de l'extension spatiale des tiges de diffusion indiquent une croissance de la taille moyenne des pyramides ainsi qu'une corrélation spatiale à plus grande distance.

## Mesures GIXD

Les mesures obtenues en diffraction des rayons X en incidence rasante ont permis de retrouver à l'échelle atomique la présence des facettes par l'existence de tiges de diffusion à  $19,5^\circ$  de l'axe (111) du tungstène. Des mesures complètes sur différentes tiges ont été effectuées permettant d'avoir une description du facettage aux échelles atomique et nanométrique.

En ce qui concerne la relation d'épitaxie entre le Pt et le W, le dépôt est complètement pseudomorphe, au moins jusqu'à 2 MC déposées.

Un travail plus approfondi sur la mise en ordre des pyramides pour des distances de l'ordre d'une dizaine de nanomètres reste à effectuer en optimisant les conditions de températures et de durée des recuits.

<sup>i</sup> T.E. Madey, C.-H Nien, K. Pelhos, J.J. Kolodziej, I.M. Abdelrehim and H.-S. Tao, Surf. Sci. **438**, 191-206 (1999)

<sup>ii</sup> C.-H Nien, T.E. Madey, Y.W. Tai, T.C. Leung, J.G. Che and C.T. Chan, Phys. Rev. B. **59**, 10335-10340 (1999)

<sup>iii</sup> K. Pelhos, T.E. Madey, J.B. Hannon and G.L. Kellogg, Surf. Rev. Lett. **6**, no5, 767-774 (1999)

<sup>iv</sup> G.Renaud, M. Noblet, A. Barbier, C. Revenant, O. Ulrich, Y. Borenstzein, R. Lazzari, J. Jupille, and C.R Henry, ESRF Highlight 1999, p41-43. And Hercules X Euroconferneec Proceedings (2000)

<sup>v</sup> G.Renaud, C. Revenant, R. Lazzari, A. Barbier, M. Noblet, O. Ulrich, Y. Borenstzein, J. Jupille, and C.R Henry, J.P. Deville, F. Scheurer and O. Fruchart, to be submitted to Science.

<sup>vi</sup> K. Pelhos, Ph.D. thesis, Rutgers University, 1999

<sup>vii</sup> M. Rauscher, R. Paniago, H. Metzger, Z. Kovats, J. Domke, J. Peisle, h-D Pfannes, J. Schluze and I. Eisele, J. Appl. Phys. **86**, 6763 (1999)

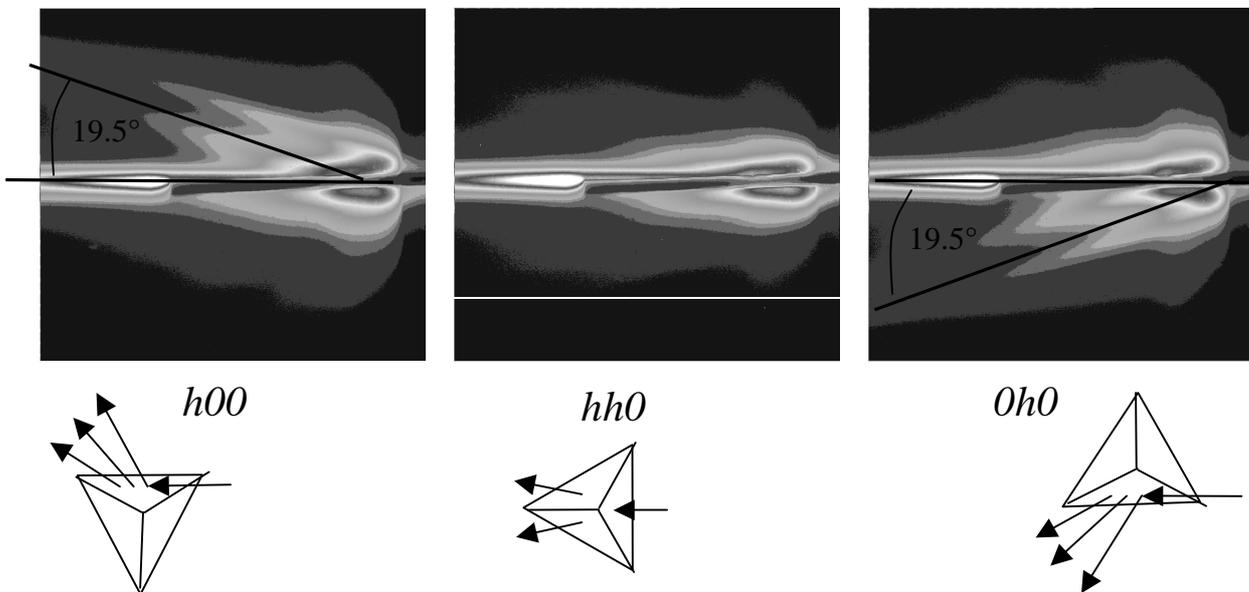


Fig.1 Diffusion asymétriques par les facettes {211} selon trois azimuts respectivement à  $0^\circ$ ,  $30^\circ$  et  $60^\circ$  de la direction ( $h00$ ). Un angle de  $19,5^\circ$  sépare la direction des tiges de diffusion du plan formé par les faisceaux direct et spéculaire

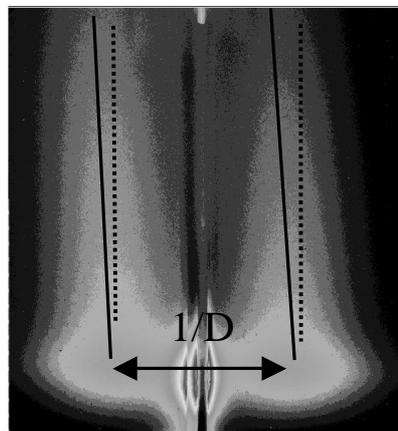


Fig.2 Diffusion asymétrique selon la direction ( $0h0$ ) par de petites pyramides triangulaires d'une dizaine de nanomètres corrélées spatialement sur une distance D de 15nm.