

# Transmission Electron Microscopy at Palaiseau Orsay Saclay: TEMPOS

# Transmission Electron Microscopy at Palaiseau Orsay Saclay: TEMPOS

**CHROMATEM (LPS)**

**NANOMAX (X)**

## **NANOTEM (LPN)**

Equipement de moyenne  
gamme en microscopie  
électronique:

FEG+cryo: HRTEM+Analyse

SEM FEG + HADF

FIB

# Transmission Electron Microscopy at Palaiseau Orsay Saclay: TEMPOS

## CHROMATEM (LPS)

RTRA Triangle de la Physique  
Quartier de la physique

SOLEIL

## NANOMAX (X)

CIMEX  
Centre commun de  
microscopie de l'X  
(création Automne 2009)

PÔLE NANO  
(NanoInnov/C2N)  
Plateforme Nanocarac

## NANOTEM (LPN)

Equipement de moyenne  
gamme en microscopie  
électronique:  
FEG+cryo: HRTEM+Analyse  
SEM FEG + HADF  
FIB

# Transmission Electron Microscopy at Palaiseau Orsay Saclay: TEMPOS

**ESTEEM2** (plateforme européenne)

**METSA** (plateforme nationale)

**CHROMATEM (LPS)**

RTRA Triangle de la Physique  
Quartier de la physique

SOLEIL

**PÔLE NANO**  
(NanoInnov/C2N)  
Plateforme Nanocarac

**NANOTEM (LPN)**

Equipement de moyenne  
gamme en microscopie  
électronique:  
FEG+cryo: HRTEM+Analyse  
SEM FEG + HADF  
FIB

**NANOMAX (X)**

**CIMEX**  
Centre commun de  
microscopie de l'X  
(création Automne 2009)

# Transmission Electron Microscopy at Palaiseau Orsay Saclay: TEMPOS

**ESTEEM2** (plateforme européenne)

**METSA** (plateforme nationale)

**CHROMATEM (LPS)**

**NANOMAX (X)**

RTRA Triangle de la Physique  
Quartier de la physique

**PÔLE NANO**  
(NanoInnov/C2N)  
Plateforme Nanocarac

**CIMEX**  
Centre commun de  
microscopie de l'X  
(création Automne 2009)

SOLEIL

**NANOTEM (LPN)**

Equipement de moyenne  
gamme en microscopie  
électronique:  
FEG+cryo: HRTEM+Analyse  
SEM FEG + HADF  
FIB

TEMPOS: CHROMATEM + NANOMAX + NANOTEM = 13,5 M€

Partenaire Coordinateur: UPS (LPS), Partenaires principaux LPICM (X) et LPN (CNRS)

18 équipes partenaires **UPS** (IEF, ICMO, LPS)/ **IOGS** / **X** (LSI, LPICM)/ **CNRS** (LPN)/ **CEA** (IRAMIS)  
2 industriels: Thales et Saint-Gobain

# Objectifs

Projet structurant en microscopie électronique sur le site de Palaiseau Orsay Saclay (TEMPOS).

1) Développer des projets innovants en microscopie électronique de dernière génération:

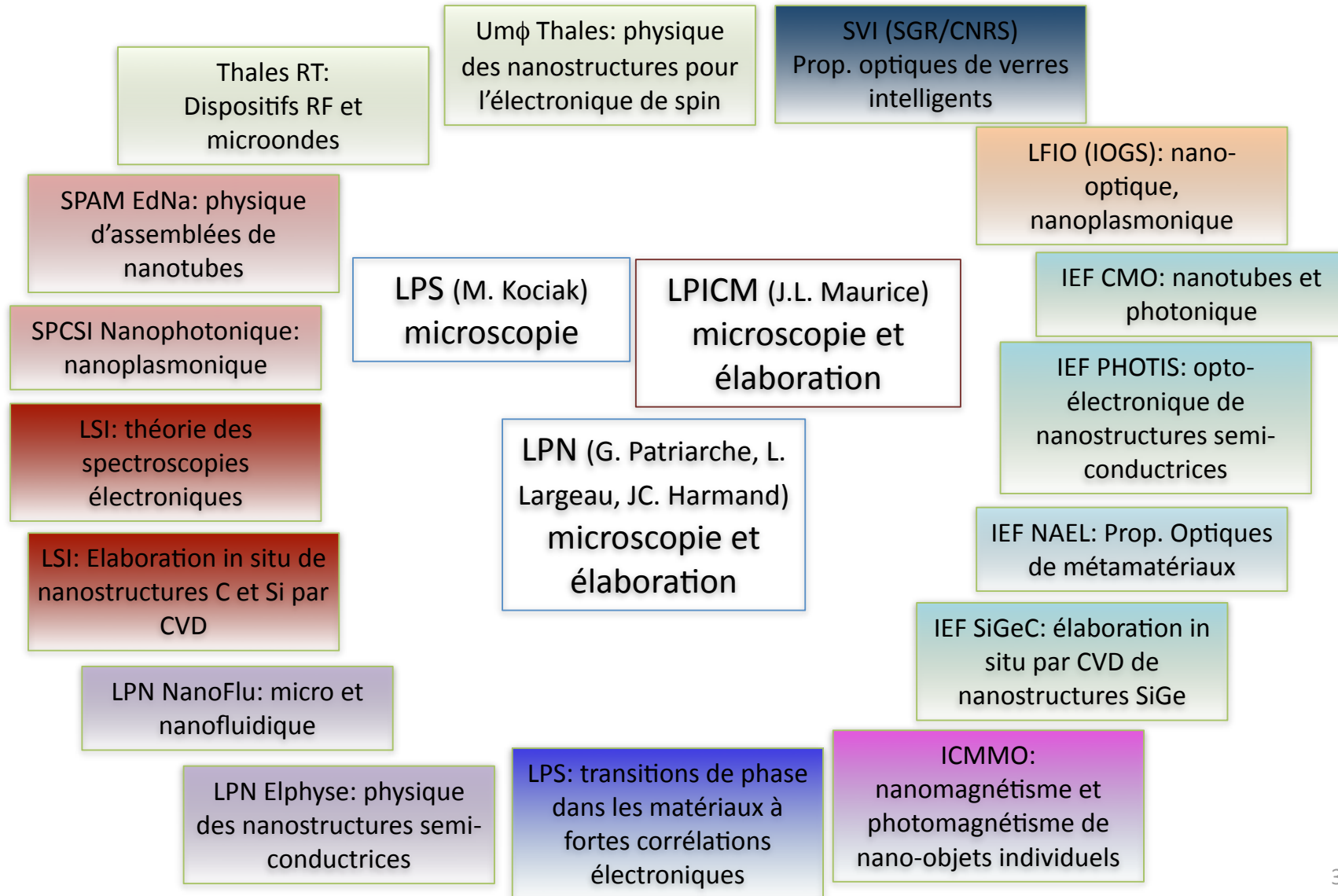
**CHROMATEM** (Laboratoire de Physique des Solides, Université Paris-Sud/ CNRS): « vers une spectromicroscopie aux résolutions spectrale et spatiales ultime »

**NANOMAX** (Laboratoire de Physique des Interface et des Couches Minces, Ecole Polytechnique/CNRS): « voir les mécanismes de croissance des nano-objets »

2) Mise en place d'une plateforme en microscopie électronique

**NANOTEM** (Laboratoire de Photonique et Nanostructures, CNRS) ouverte à l'ensemble des acteurs de la communauté « POS »

# Les équipes et laboratoires impliqués: une complémentarité d'expertises



# NANOTEM

## Equipements:

- 1 microscope électronique en transmission polyvalent et souple d'utilisation dédié à l'imagerie à haute résolution et à la nanoanalyse pour des applications en science des matériaux, chimie, biologie et nanotechnologies. Ce microscope offrira des possibilités en cryo-microscopie.
- 1 microscope avec faisceau d'ions focalisé (FIB) dédié à la préparation d'échantillons en MET.

## Acteurs (responsable scientifique et technique **G. Patriarche LPN**):

- Fonctionnement assuré par les membres experts de CHROMATEM et NANOMAX.
- Utilisateurs: membres de la communauté POS (UPS: LPS, ICMMO, IEF, CSNSM, LAC/ CNRS: LPN/ X: LSI, LPICM/ CEA: SPAM, SPEC)



Nanomax (coord. J.L. Maurice, LPICM):  
“voir” (à l’échelle atomique si possible) les  
mécanismes de croissance des nano-objets

1. Croissance in situ en épitaxie par jet moléculaire (MBE), JC Harmand  
Nanostructures semi-conductrices III-V
2. Croissance in situ par dépôt chimique en phase vapeur (CVD), JL Maurice  
Nanostructures de carbone (graphène, nanotubes) et de Si, Ge

**Dans la colonne d’un microscope électronique de dernière génération  
(équipé d’un correcteur des aberrations de la lentille objectif)  
et modifié pour la réalisation d’expériences in situ**

# Croissance in situ: quelques objectifs

**Accéder à une caractérisation en temps réel** de la morphologie, composition chimique, structure cristalline...

**Pour explorer les modes de croissance assistés catalytiquement**

**Evaluer l'influence des paramètres de croissance**

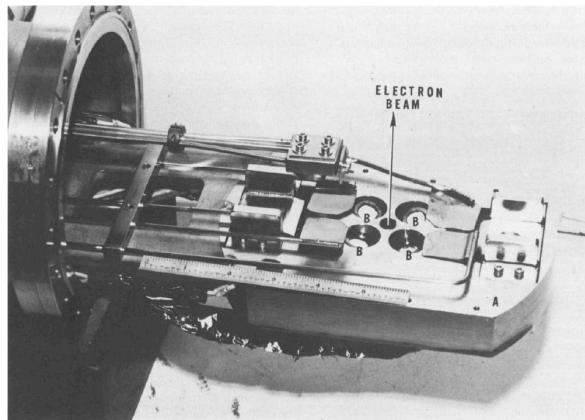
**Elaborer des modèles de croissance cristalline**

- grâce à l'obtention in situ de grandeurs physiques inconnues (potentiels chimiques, énergies de surfaces et d'interfaces)
- élaborer des modèles prédictifs pour améliorer le contrôle de la croissance de nanostructures originales

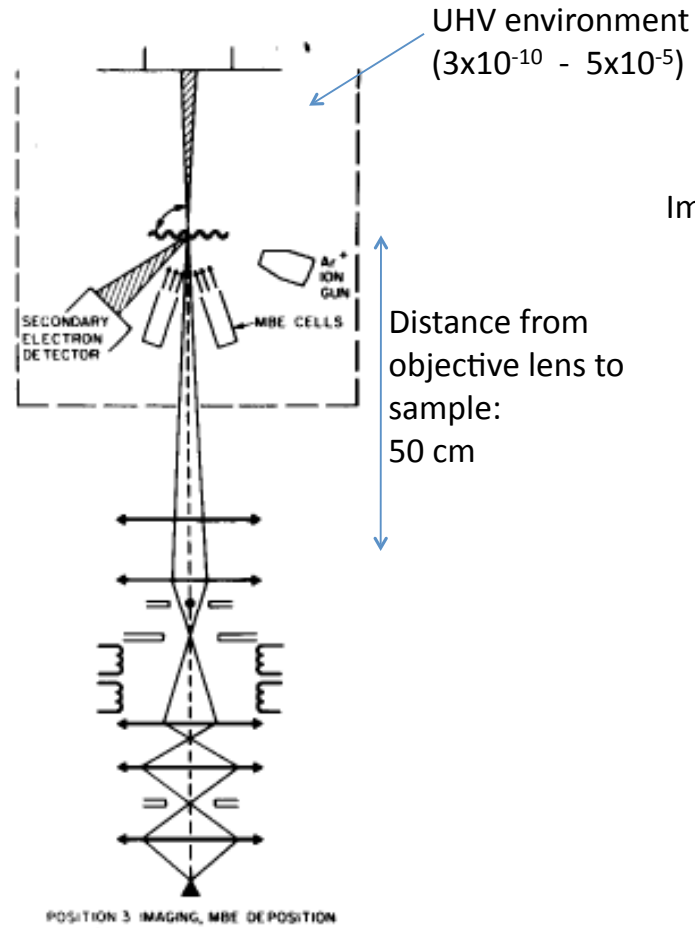
**Comprendre les mécanismes de condensation en phase solide dans les systèmes de dimension réduites (nanosystèmes)**

# Etat de l'art de la MBE en MET

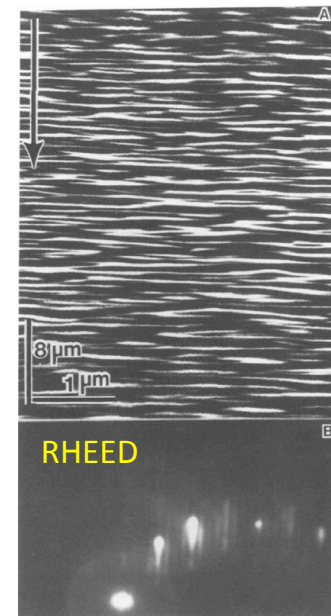
Première et unique expérience: P.M. Petroff, C.H. Chen, D.G. Werder, "Microscopy of surfaces and application to MBE", *Ultramicroscopy* 17, 185 (1985)



MBE system with 4 mini sources



Imagerie en électrons secondaires  
(résolution ~20 nm)

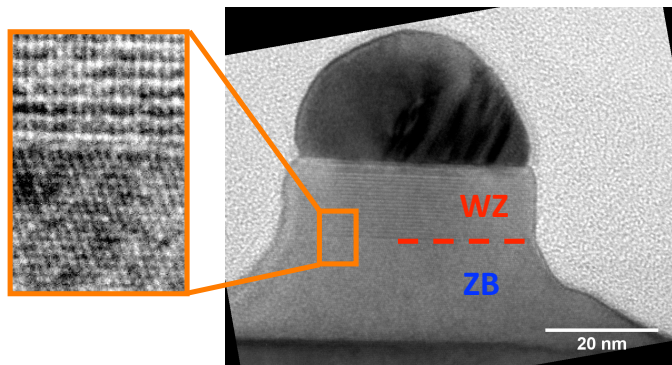


# Croissance MBE, quelques questions ouvertes:

- Contrôle de la phase cristallographique dans des nanofils III-V
- Influence de la température et du flux d'espèces chimiques
- Statistique de nucléation
- Organisation dans le liquide, impact sur la phase solide de nucléation

## Paramètres critiques

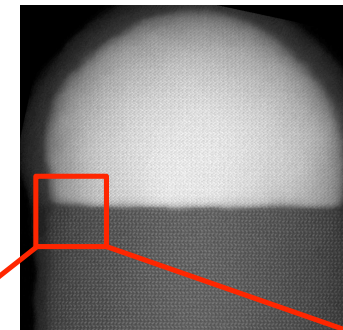
- Volume de la particule de catalyseur
- Angle de contact
- Composition chimique et inhomogénéités
- Etat de la particule (liquide/solide)
- Lieu de la nucléation (ligne de phase triple?)
- Type des facettes latérales



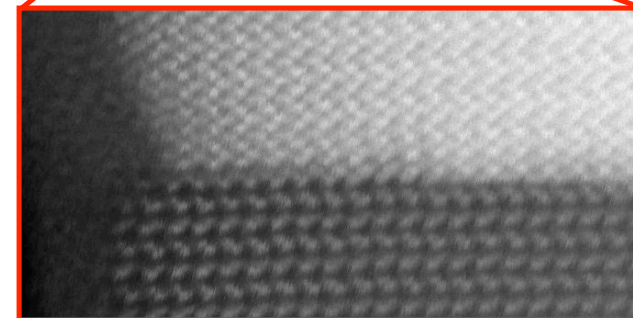
Au catalyzed GaAs nanowires

F. Glas et al, PRL (2007) Beginning of growth

Au catalyzed InAs nanowires

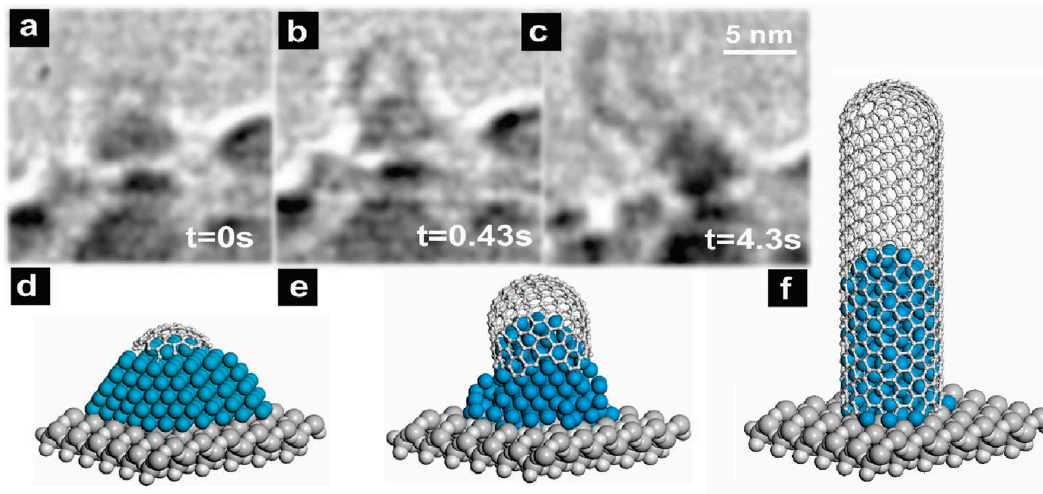


Formation of a new atomic monolayer

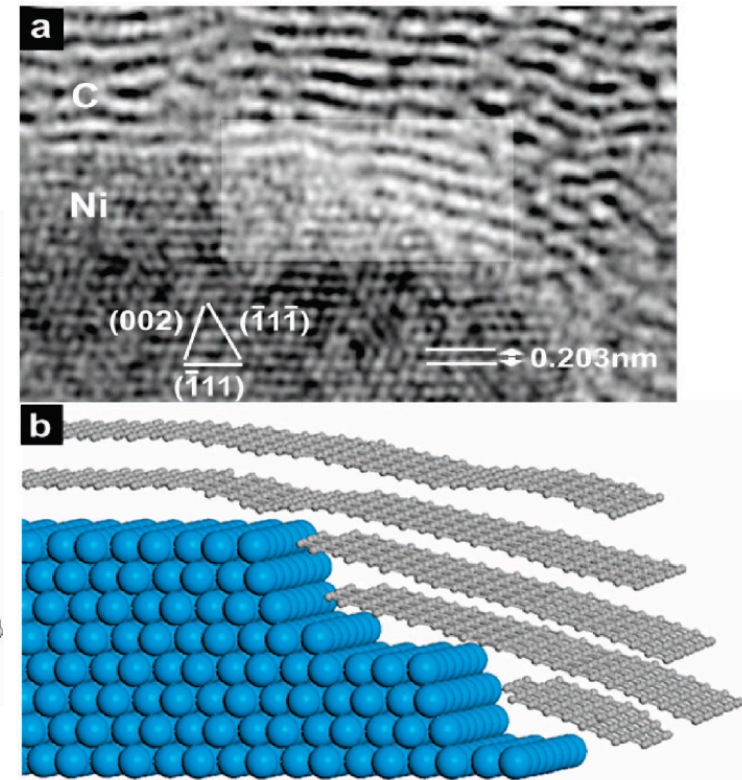


# Croissance CVD: quel est le rôle de la diffusion de surface, nature du catalyseur? Peut-on contrôler l'hélicité d'un nanotube?

- Exemple d'**observation in situ** d'un nanotube de carbone monofeuillet par un processus de capping

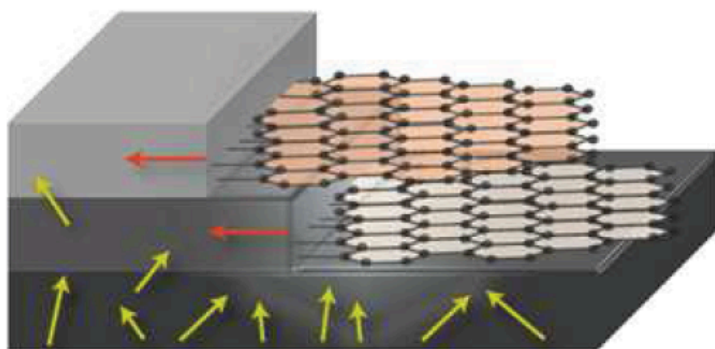


- observation ex situ



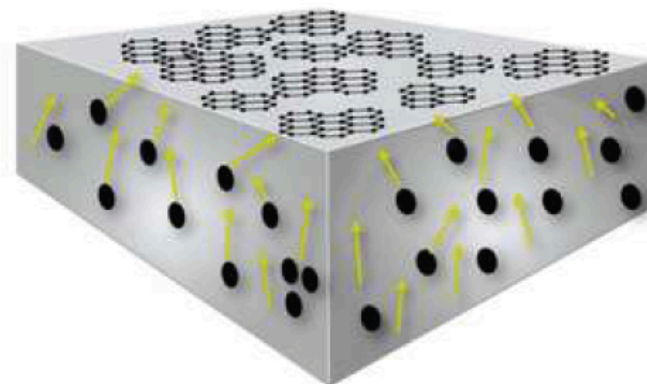
# Croissance CVD du graphène: mécanismes de ségrégation/précipitation? Quels sites de nucléation? Quel rôle de la diffusion de surface?

Croissance de graphène/graphite sur Ni implanté: proposition de modèle grâce à des observations post synthèse



(a)

croissance latérale à partir d'une nucléation sur des sites de forte corrugation de surface



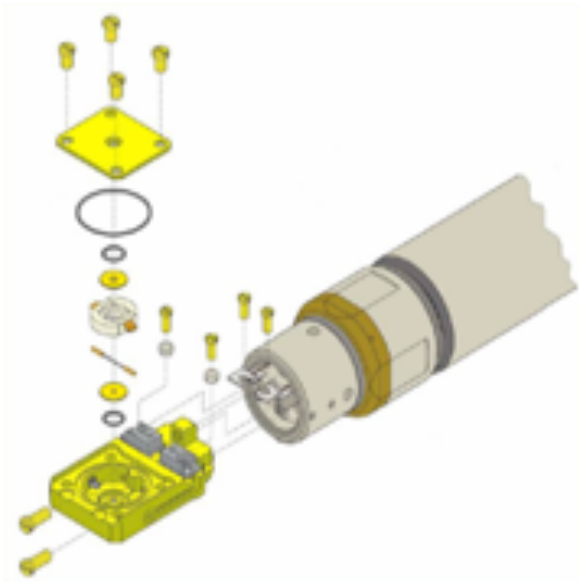
(b)

graphène: précipitation directe de surface

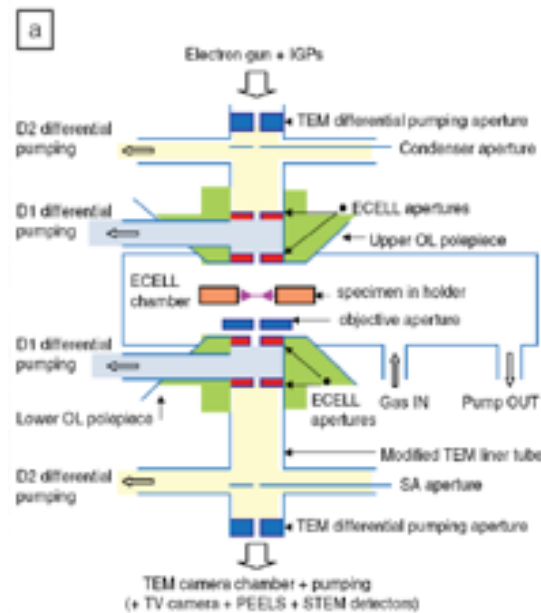
L. Baraton et al. EPL (2011)

# Nanomax: un défi technique

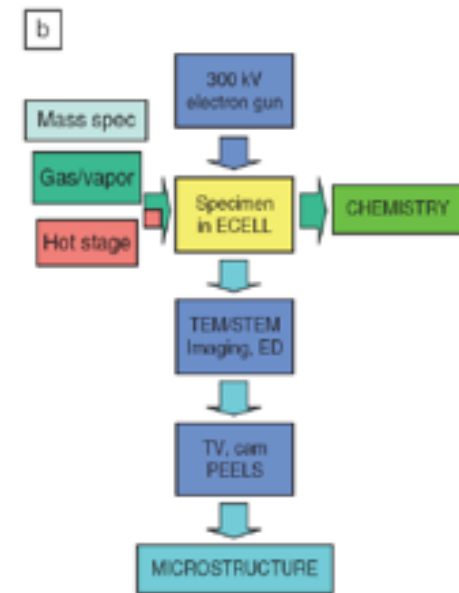
- Des cellules à effusion pour la MBE miniaturisées
- Un porte-échantillon spécial (microréacteurs) pour la CVD
- Un pompage différentiel pour la CVD



S. Giorgio et al. CiNaM Marseille  
(Jeol 3010)



- Un pompage différentiel pour la CVD

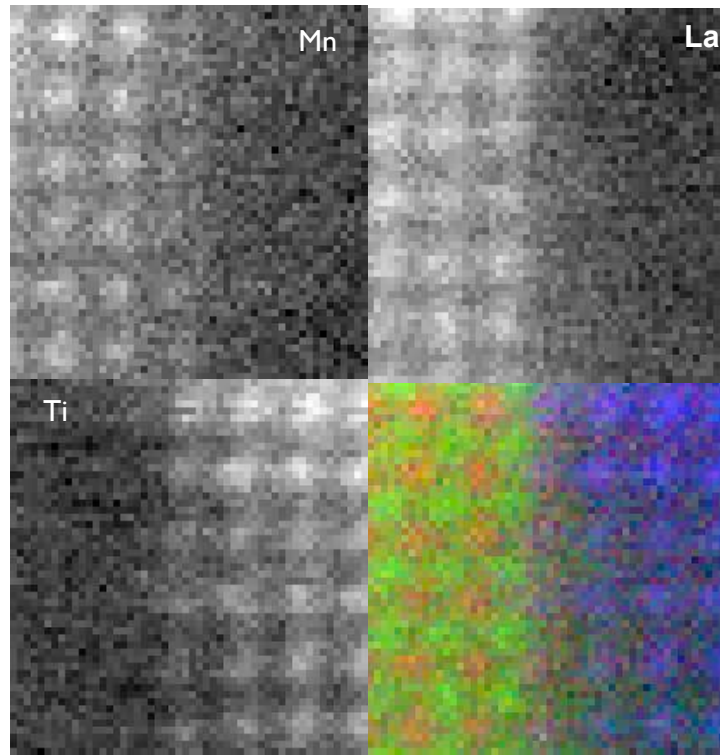


P.L. Gai et E.D. Boyes Dupont USA;  
H. Topsoe Danemark

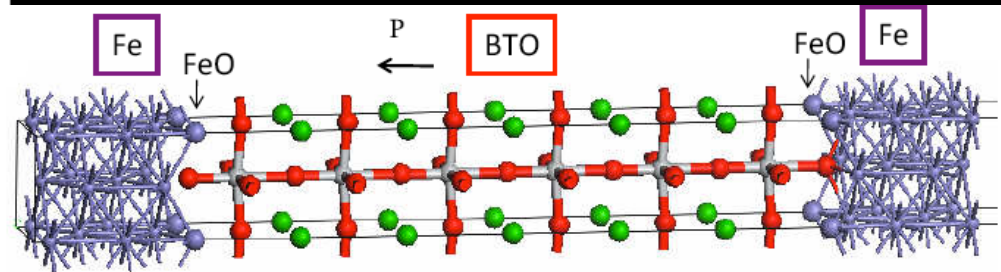
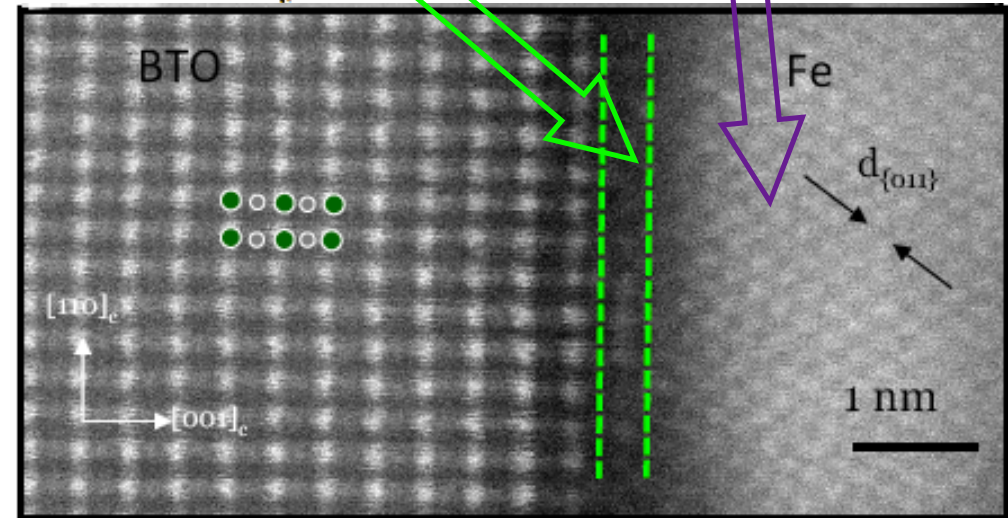
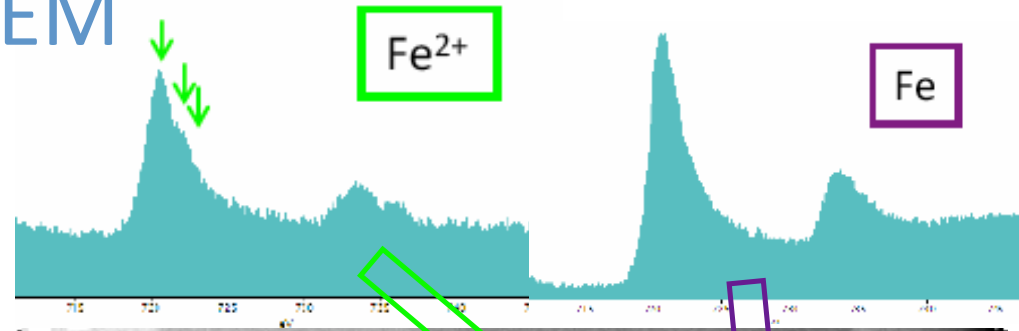
Chromatem (coord. M. Kociak, LPS):  
vers une spectromicroscopie aux  
résolutions spatiale et spectrale ultimes  
nouvelles expériences de nano-optique



# Etat de l'art en spectromicroscopie dans un STEM



Mn La Ti



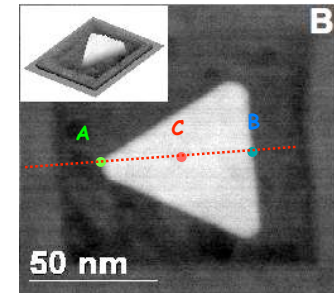
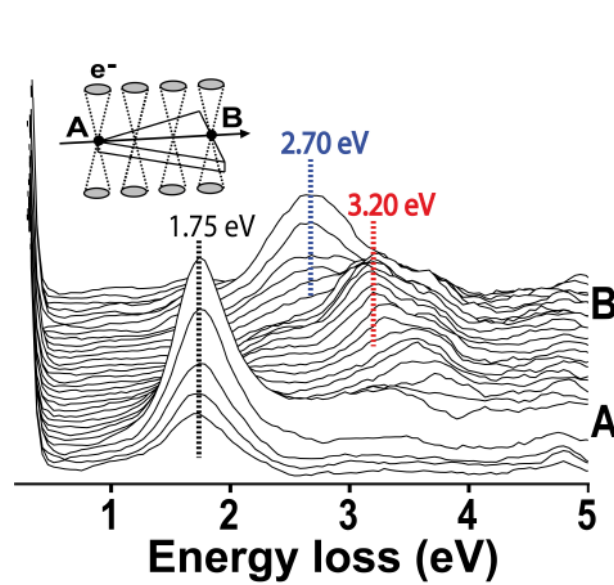
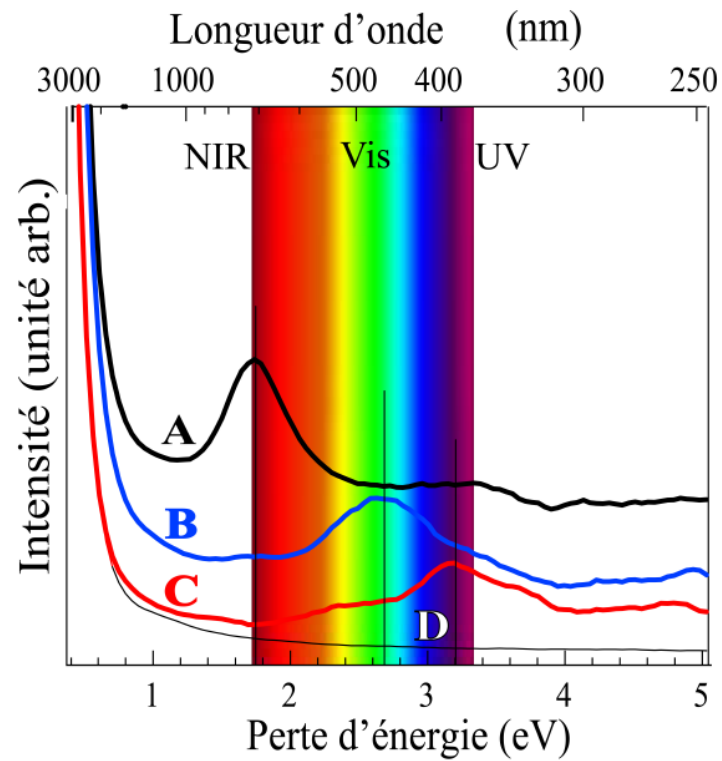
V. Garcia et al., Science (2010)

S. Valencia et al. Nature Materials (2011)

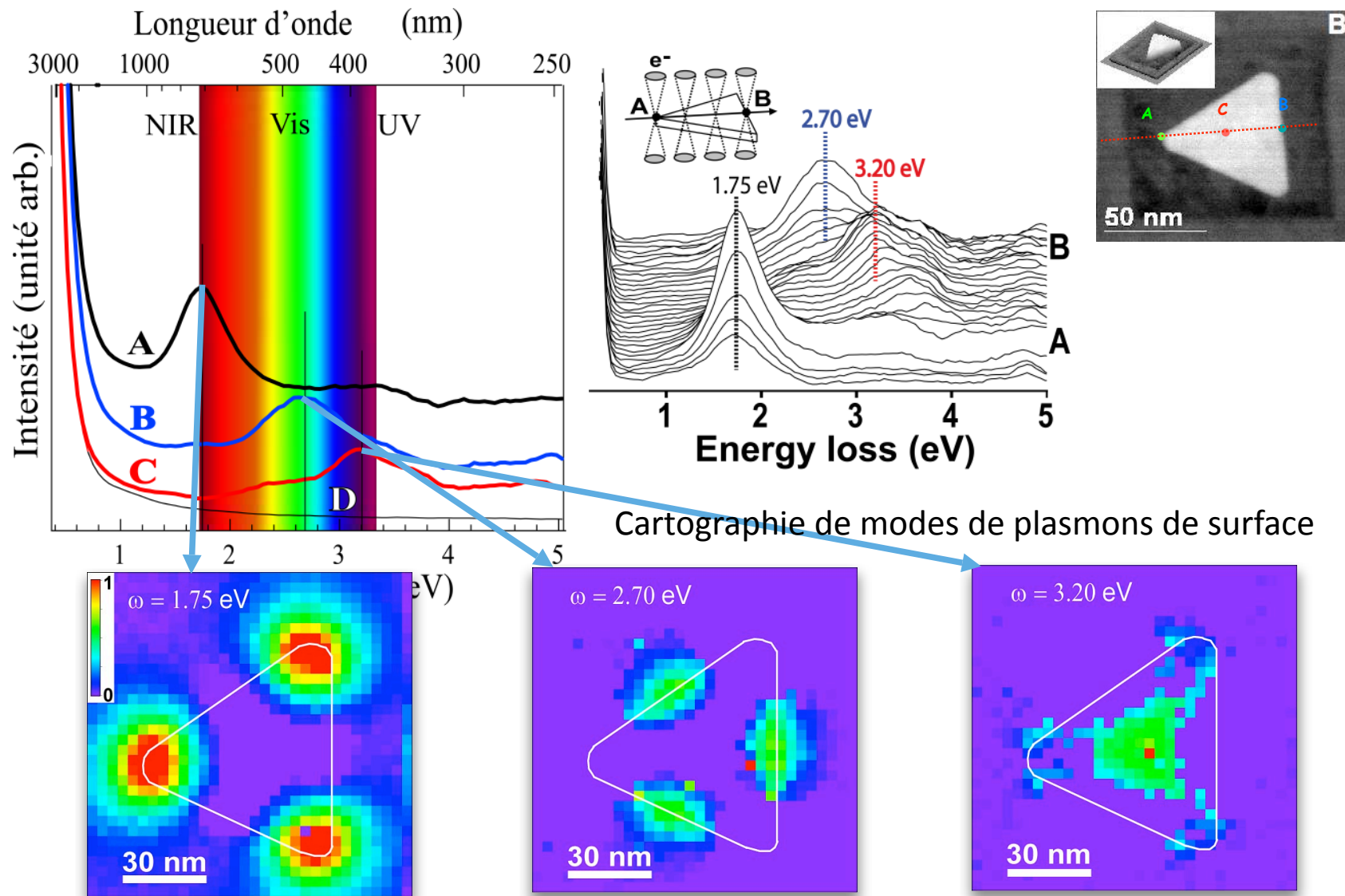
## Objectifs:

- Combiner ultra haute résolution en énergie et résolution spatiale en spectroscopie EELS (**monochromateur de nouvelle génération: 20 meV**)
- Inventer de nouvelles spectromicroscopies combinant photons et électrons au nanomètre pour des applications en nano-optique et nanophononique (**détecteur/injecteur de lumière**)
- Explorer la physique de transitions phases photo induites, induites en température ou sous nanomanipulation (**basses températures, injection de lumière, nanomanipulateur**)

# Un nouvel outil pour la nano-optique



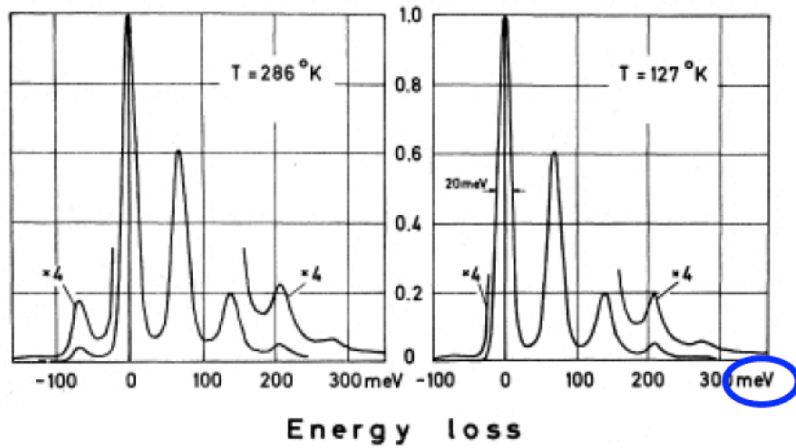
# Un nouvel outil pour la nano-optique



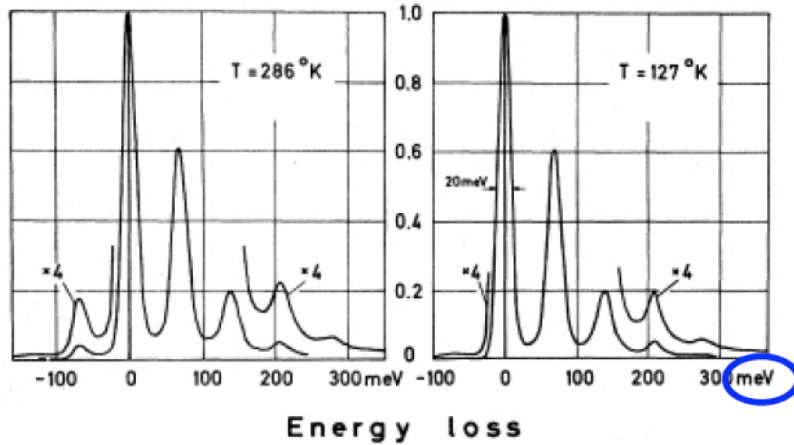
J. Nelayah et al, Nature Physics (2007)

Un monochromateur pour :

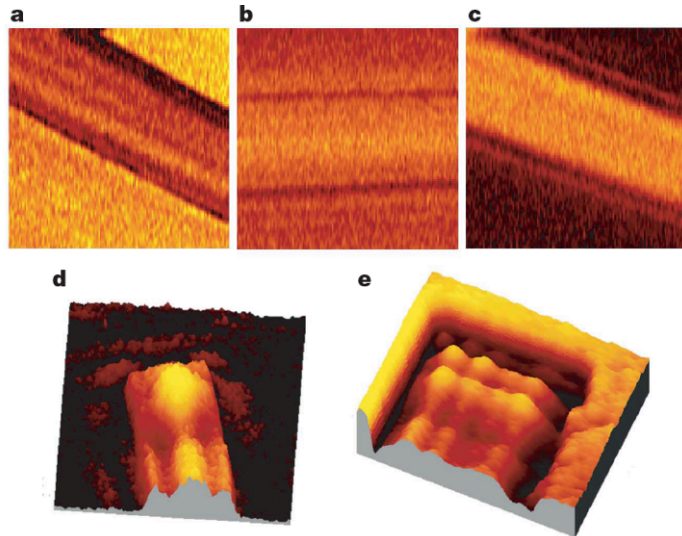
# Un monochromateur pour : la nano-optique et la nanophononique



# Un monochromateur pour : la nano-optique et la nanophononique



cartes de l'EMLDOS dans l'IR (Au sur SiC)

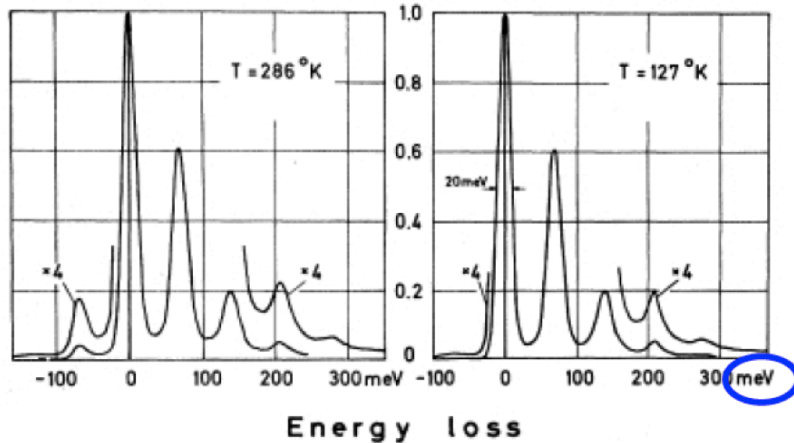


*Y. De Wilde Nature (2006)*

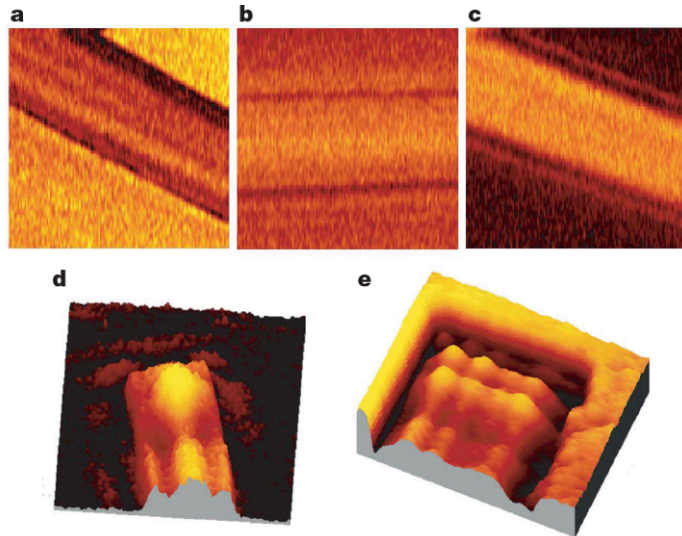
# Un monochromateur pour :

la nano-optique et la  
nanophononique

la physique de la matière  
condensée

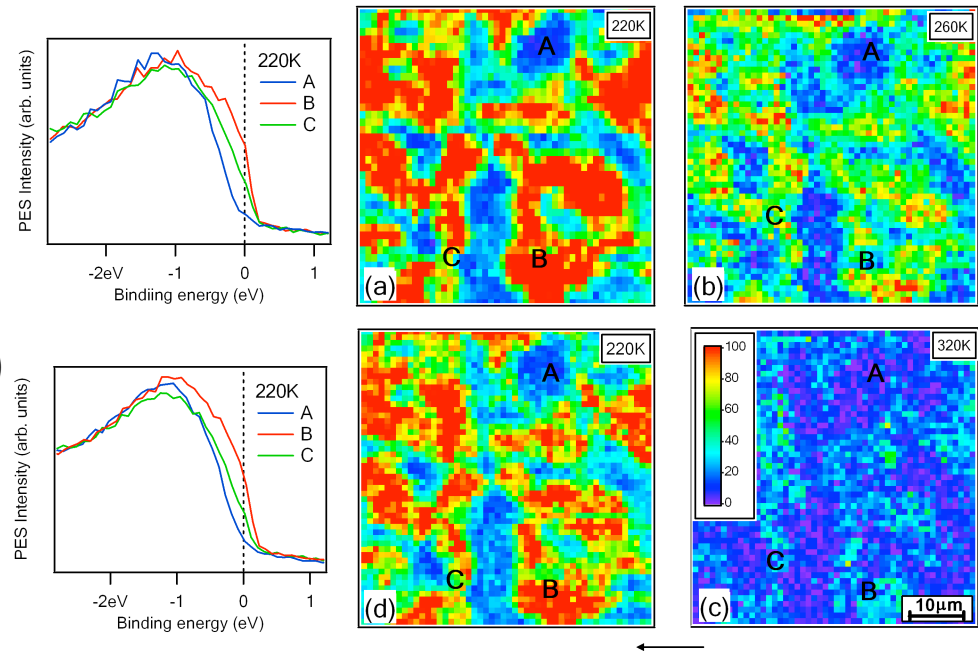


cartes de l'EMLDOS dans l'IR (Au sur SiC)



Y. De Wilde Nature (2006)

Transition de Mott dans  $V_2O_3$

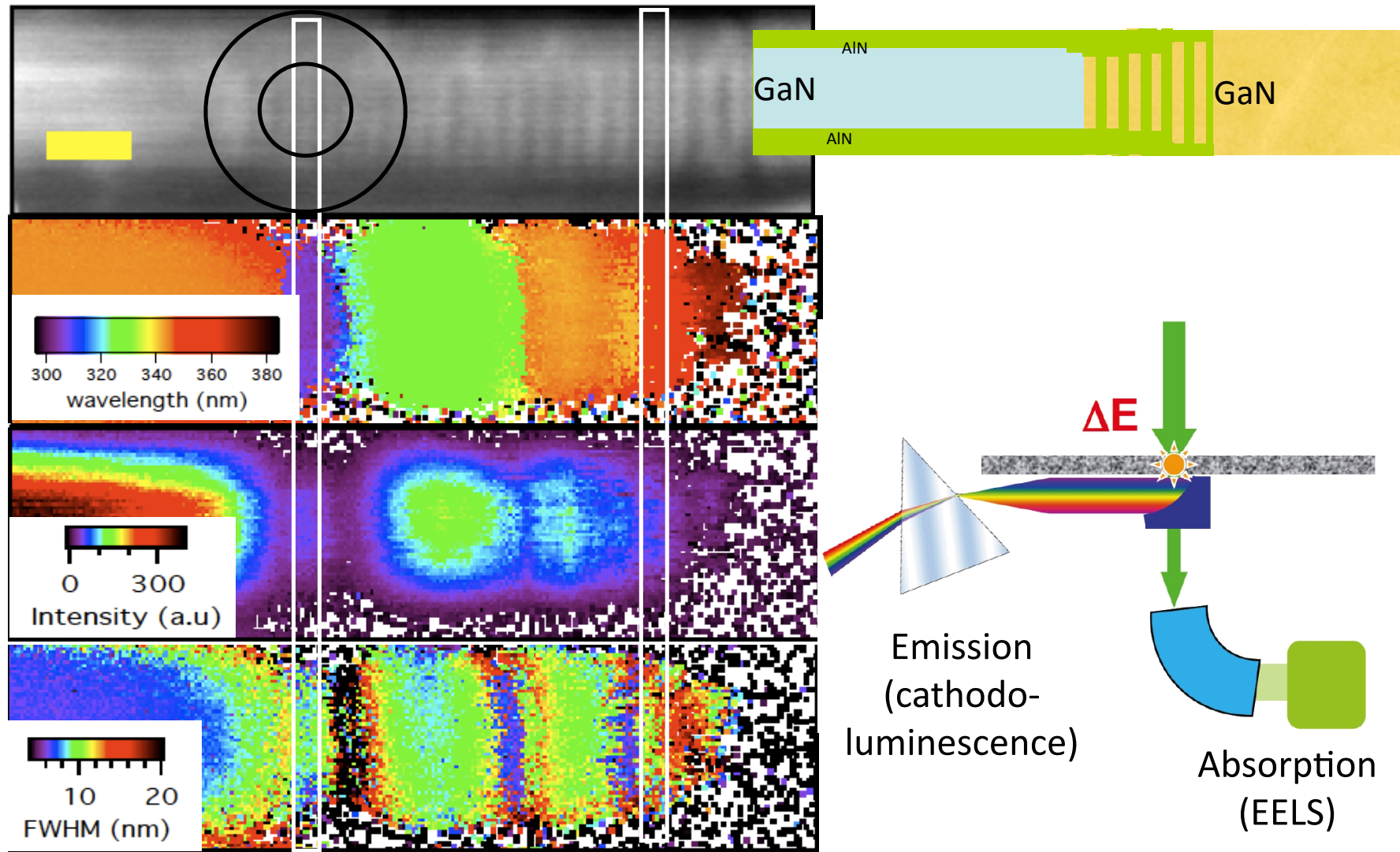


Nucléation des domaines métalliques/isolants  
Photoémission résolue spatialement ( $< 1 \mu\text{m}$ )

S. Lupi et al., Nature Commun. (2010)



# Combiner photons et électrons à l'échelle nanométrique



L. Zagonel, M. Kociak et al., Nanolett (2011)

# Injection de lumière: inventer de nouvelles spectromicroscopies

1) Explorer des effets physiques fondamentaux :

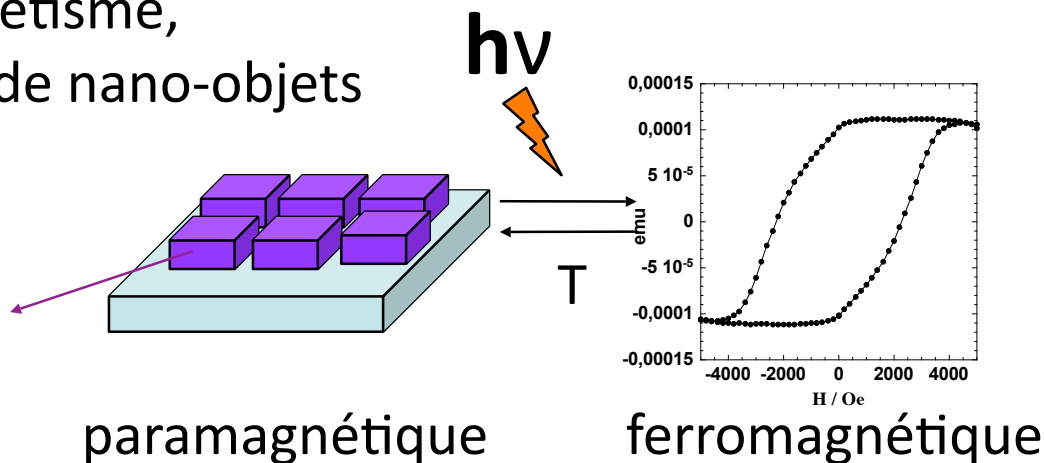
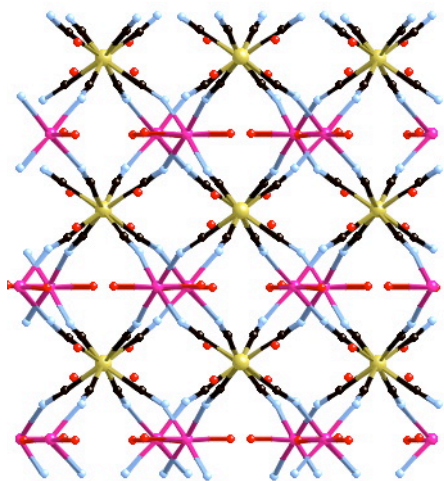
Gain d'énergie : transférer de l'énergie cinétique à électron grâce à un faisceau de photons (effet Smith Purcell inverse ou Cerenkov )

2) Explorer les transitions de phases photo-induites de nano-objets individuels

3) EELS hors équilibre (nano-optique non linéaire): TISB dans QD, spasers, métamatériaux actifs

# Sonder la commutation d'un nano-objet individuel sous éclairage à basse température

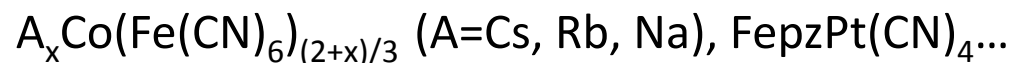
Photomagnétisme,  
Transition de spin de nano-objets



F. Volatron et al. Chem. Comm. (2011)

## Nanoparticules de réseaux de coordination photocommutables

Autres réseaux commutables:



## **INVITATION**

Journée de lancement de l'EquipEx TEMPOS  
Le Vendredi **9 décembre 2011 à 8h45** au  
Laboratoire de Physique des Solides, bâtiment 510,  
Amphi Blandin, Orsay

Merci de confirmer votre participation au buffet  
A Nadine Mehl : [mehl@lps.u-psud.fr](mailto:mehl@lps.u-psud.fr)