

Proposition de sujet de thèse / PhD offer

Directeurs de thèse / PhD supervisors:

Hocine KHEMLICHE (ISMO)	hocine.khemliche@universite-paris-saclay.fr	Tel : 01 69 15 75 49
Tiberiu MINEA (LPGP)	tiberiu.minea@universite-paris-saclay.fr	Tél : 01 69 15 66 54

Nom du Laboratoire : ISMO ; Nom du Directeur : PINO Thomas	Code d'identification : UMR 8214
Site Internet : http://www.ismo.u-psud.fr	Tél. : 01 69 15 73 19
Adresse : Université Paris-Saclay, bât 520 rue André Rivière, 91405 Orsay Cedex, France	

Lieu de la recherche / Research location : ISMO-Bât. 520 and LPGP-Bât. 210, Orsay Campus

TITRE DE LA THESE / Ph.D. Title:

Suivi *in situ* et en temps réel par diffraction d'atomes rapides de la croissance de couches minces d'oxydes fonctionnels et de matériaux 2D par dépôt magnétron pulsé haute puissance

Growth of 2D materials and functional oxides by high power pulsed magnetron with *in situ* and real-time diagnostics by Fast Atom Diffraction

Français

Pour la grande majorité des techniques de croissance de couches minces (telle que l'épitaxie par jets moléculaires (MBE), l'ablation laser pulsé (PLD), etc.), la diffraction en incidence rasante d'électrons de haute énergie (RHEED) permet de suivre le processus de croissance et de caractériser la structure du film en temps réel. Dans le cas du dépôt magnétron, où un plasma provoque la pulvérisation du matériau à déposer, la présence de champs électrique et magnétique rend le RHEED inopérant. Or ce mode de dépôt est devenu une technique de choix pour la production d'une grande variété de nanostructures en couches minces, des métaux aux oxydes en passant par les ferroélectriques et les matériaux 2D. Développer un outil de suivi *in situ* et en temps réel compatible avec ce mode de dépôt plasma haute densité représente donc un vrai défi. Dans ce contexte, une rupture technologique est nécessaire afin d'offrir une alternative viable permettant d'accéder au mode d'organisation dès les premiers stades de la croissance – c'est l'objectif de cette thèse.

Nous avons développé un nouvel outil basé sur la diffraction d'atomes rapides en incidence rasante (GIFAD pour *Grazing Incidence Fast Atom Diffraction*). GIFAD a déjà fait ses preuves pour le contrôle de croissance de semi-conducteurs et de couches organiques. Une variante de cette technique, compatible avec les pressions élevées du dépôt magnétron (environ 1Pa) est en cours de développement. Dans le cadre d'une collaboration entre l'institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO) et le Laboratoire de Physique des Gaz et des Plasma (LPGP), l'objectif est de combiner GIFAD et le dépôt magnétron pulsé haute puissance (HiPIMS pour High Power Impulse Magnetron Sputtering) afin de produire des couches minces de manière maîtrisée et reproductible.

Au-delà des défis techniques que nous sommes en passe de surmonter, il s'agira d'explorer la pertinence des informations fournies par GIFAD pour la production de couches minces de métaux, d'oxydes ou de matériaux 2D de haute qualité. Il faut souligner que la technologie HiPIMS a permis récemment de faire croître une couche épitaxiée de cuivre sur un substrat de Silicium.

English

Most of the techniques used to grow thin films, such as molecular beam epitaxy (MBE), pulsed laser deposition (PLD), etc., rely on the use of high energy electron diffraction (RHEED) to monitor the growth process and analyze *in situ* and in real-time the film structure. In the case magnetron deposition, where the plasma density is high to effectively sputter the material from a target, inherent magnetic and electric fields prevent the use of electrons for the film diagnostics. This is a major limitation since magnetron sputtering has become among the first PVD (Physical Vapor Deposition) worldwide used for growing a large variety of thin films, from metals to oxides, but also ferroelectric and 2D materials. The challenge is to develop an analytical tool that is compatible with this deposition mode. A disruptive approach is required if we want to offer a reliable solution that would provide access to the growth mode from the very early stage – the topics of the present Ph.D. work.

We have developed a new tool based on grazing incidence diffraction of keV atoms (GIFAD for Grazing Incidence Fast Atom Diffraction). GIFAD has proven successful for monitoring the growth of organic and inorganic semiconductors. A new version of GIFAD, which is compatible with the high gas pressures of magnetron sputtering (around 1 Pa) is currently being developed. Within a collaboration between the Institut des Sciences Moléculaires d'Orsay (ISMO) and the Laboratoire de Physique des Gaz et des Plasmas (LPGP), the objective is to combine GIFAD and pulsed magnetron deposition (HiPIMS for High Power Impulse Magnetron Sputtering) for the reliable and reproducible growth of high-quality films.

Beyond the technical challenges that we are about to complete, the next step would consist in exploring the relevance of the information provided by GIFAD for understanding the growth process and producing high quality metal, oxide layers and 2D materials. Note that HiPIMS approach has recently allowed the growth of epitaxial copper layers on a silicon substrate.

Mots-clés / keywords :

mesures temps réel et *in situ* ; diffraction d' atomes rapides, couches minces et matériaux 2D ; HiPIMS magnétron ;

In situ and real time diagnostics; Fast Atom Diffraction; Thin films and 2D materials; HiPIMS magnetron.

Financement de thèse envisagé / Ph.D. Funding : Allocation de l'EDOM / Doctoral school contract

Objectifs / Objectives : Développer un nouvel instrument permettant de décrire, comprendre et optimiser la croissance de couches minces sous dépôt magnétron pulsé HiPIMS. Valider l'approche sur des systèmes d'intérêt tels que les oxydes ou les matériaux 2D.

Develop a novel analytical instrument allowing to follow in situ and in real time the growth of thin films aiming to accelerate the isolation of the best operation condition for high quality thin films and 2D materials growth by HiPIMS plasma deposition. Generally empirical and long experimental procedures are used to optimize the deposition parameters.

Contexte : Le Laboratoire de Physique des Gaz et des Plasma possède une expertise reconnue dans le dépôt magnétron pulsé (HiPIMS). L'institut des Sciences moléculaires d'Orsay a développé un nouvel outil (GIFAD) pour la caractérisation structurale des surfaces et des couches minces en cours de croissance. Nous proposons de combiner ces deux innovations afin d'offrir une solution unique pour la description et l'optimisation des couches minces de métaux et d'oxydes.

Méthode : La première étape consiste à comprendre et maîtriser le processus de diffraction d'atomes d'énergie autour du keV dans une pression élevée de gaz (1Pa) en limitant les processus de décohérence. Il s'agira ensuite d'identifier sur quelques systèmes modèles de matériaux afin de trouver les paramètres clés du dépôt HiPIMS et leur influence sur le mode de croissance et les propriétés structurales de la couche mince obtenue.

Résultats attendus / expected results: Offrir à la communauté une technique viable pour le suivi de croissance sous dépôt magnétron, avec une sensibilité unique à la dernière couche de surface. Comprendre la dynamique de croissance sous dépôt HiPIMS et définir des protocoles génériques.

Provide the worldwide community a valuable *in situ* surface diagnostics compatible with HiPIMS magnetron thin film deposition process, with monolayer sensitivity. Understand the dynamics of the growth process for different HiPIMS operation conditions and find out an operation protocol.

Bibliographie :

- "High Power Impulse Magnetron Sputtering: Fundamentals, Technologies, Challenges and Applications" Daniel Lundin, Jon Tomas Gudmundsson, Tiberiu Minea, Editors — 1st Edition, ISBN: 9780128124543, Elsevier, 2019
- "Epitaxial growth of Cu(001) thin films onto Si(001) using a single-step HiPIMS process"; F. Cemin, D. Lundin, C. Furgeaud, A. Michel, G. Amiard, T. Minea, and G. Abadias, , Sci. Rep. 7, 1655 (2017)
- "An introduction to thin film processing using high power impulse magnetron sputtering"; D. Lundin and K. Sarakinos, J. Mater. Res. 27, 780 (2012).
- "On the HiPIMS benefits of multi-pulse operating mode"; V Tiron, O. Antonin, C Costin, G. Popa and T. Minea; J. Phys. D: Appl. Phys, 48, 015202 (2015)
- "Low electrical resistivity in thin and ultrathin copper layers grown by high power impulse magnetron sputtering"; F. Cemin, D. Lundin, D. Cammilleri, T. Maroutian, P. Lecoeur, and T. Minea. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.34, 51506 (2016)
- <http://www.cnrs.fr/lettre-innovation/actus.php?numero=220>
- "Dynamic grazing incidence fast atom diffraction during molecular beam epitaxial growth of GaAs"; P. Atkinson, M. Eddrief, H. Khemliche, M. Debiossac, A. Momeni, M. Mulier, B. Lalmi and P. Roncin; Appl. Phys. Lett. 105,021602 (2014)
- "Ultrafast Crystallization Dynamics at an Organic–Inorganic Interface Revealed in Real Time by Grazing Incidence Fast Atom Diffraction" ; A. Momeni, E. M. Staicu Casagrande, A. Dechaux et H. Khemliche ; J. Phys. Chem. Lett. 9, 908 (2018)