

## PROPOSITION OF PhD PROJECT / PROPOSITION DE SUJET DE THESE

topics: nanoscience, physics, mechanics / thématiques : nanoscience, physique, mécanique

(Version française : voir page suivante / french version on next page)

### Mechanical properties of metallic nanostructures characterized by coherent x-ray diffraction

The mechanical properties of small objects deviate strongly from the bulk behaviour, as soon as their size becomes comparable or smaller to the dislocation mean free path (typically a micron). For instance, their elastic limit increases when their size is reduced. On another hand, strong residual stress take place within nanostructures, such as those imposed by crystallographic epitaxial relationship with a substrate. Altogether, there is a clear need (supported by industrial interests) for a better understanding of the fundamental phenomena that govern the mechanical properties of materials at the nanometre scale. The lab SIMaP is engaged in this research and tackles the topic by combining laboratory processing / characterisation methods, numerical models, and synchrotron techniques.

In this context, our team is developing an original characterization method based on a recent synchrotron technique, coherent x-ray diffraction, combined with *in situ* mechanical loading. Coherent x-ray diffraction is an emerging synchrotron technique that allows 3D imaging of crystalline micro/nano-structures and of their strain field at the atomic scale. In fact, it measures the exact squared modulus of the Fourier transform of the sample without assembly averaging, from which the inner structure (shape, density, elastic strain field and defects) of the object can be retrieved. The *in situ* loading is performed by an AFM (Atomic Force Microscope) tip which applies external stress on the sample at the position of the microfocused beam. Such experiments have been developed very recently at the ESRF in collaboration with the lab IM2NP in Marseille and our team. In a recent experiment at the ESRF, we studied micron-size copper islands epitaxially grown on Tantalum (Figure 1), and recorded the 002 Bragg reflection. The copper islands are highly strained due to substrate matching, and it is clearly evidenced on the coherent x-ray measurements (Figure 2). Important modifications of the diffraction pattern appeared while loading the island with an AFM tip.

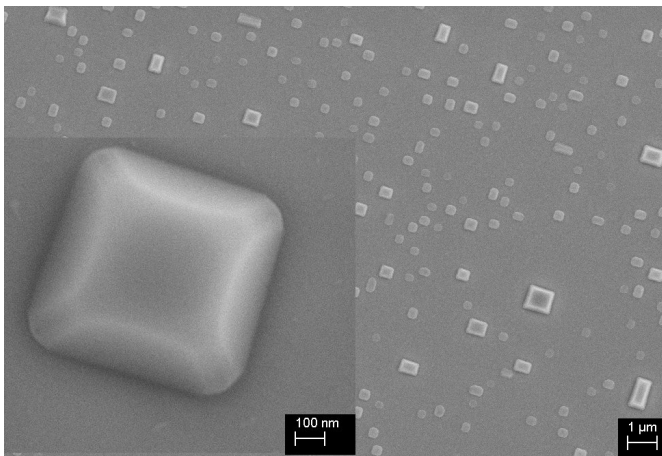


Figure 1: SEM image of Copper islands on Tantalum single crystal/ Image en microscopie électronique des îlots de Cuivre en épitaxie sur un monocristal de Tantale.

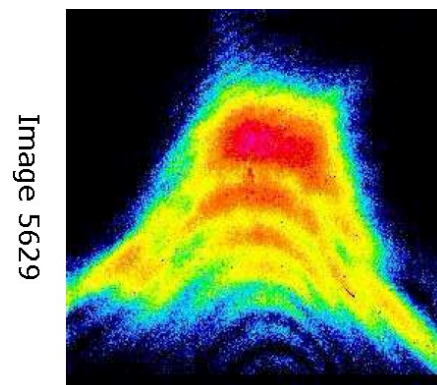


Figure 2: Image of the 002 Bragg reflection of a Copper island measured with a coherent x-ray beam / Image de la réflexion de Bragg 002 d'un îlot de Cuivre avec un faisceau cohérent de rayons X.

The proposed PhD project is to develop this type of *in situ* measurements on model objects. A detailed investigation of the Cu/Ta system will be done. Other systems may also be explored. New samples will have to be designed, grown and characterized in our lab. A variety of techniques are available for this purpose, such as molecular beam epitaxy, optical, electronic and atomic force microscopies, and x-rays. A particular focus will be given to mechanical properties: mechanical tests will be performed in the lab with the new nano-indentation system, and during synchrotron experiments with the set-up available at the ESRF or with a new set-up of our own. Finite-element simulations will be performed to support the experiments. The student will also use Discrete Dislocation Dynamics (DDD) simulations in collaboration with Daniel Weygand (Karlsruhe Institute of Technology), to understand the plasticity mechanisms in this system.

Project funded by Grenoble-INP.

Contacts:

Guillaume Beutier / Marc Verdier, lab SIMaP, “Metal Physics” group.

[guillaume.beutier@simap.grenoble-inp.fr](mailto:guillaume.beutier@simap.grenoble-inp.fr)

[marc.verdier@simap.grenoble-inp.fr](mailto:marc.verdier@simap.grenoble-inp.fr)

phone: (+33) 4 76 82 66 09

### **Propriétés mécaniques de nanostructures métalliques caractérisées par diffraction des rayons X cohérents.**

Les propriétés mécaniques des petits objets dévient fortement du comportement du matériau massif, dès que leur taille devient comparable ou plus petite que le libre parcours moyen des dislocations (de l'ordre du micron). Par exemple, leur limite élastique augmente quand la taille diminue. Par ailleurs, les nanostructures sont exposées à de fortes contraintes, telles que celles induites par les relations d'épitaxie avec le substrat. De manière générale, il y a un besoin clair (supporté par des intérêts industriels) à mieux comprendre les processus fondamentaux qui déterminent les propriétés mécaniques des matériaux à l'échelle du nanomètre. C'est une des thématiques de recherche du laboratoire SIMaP, qui aborde le problème en combinant des techniques d'élaboration et de caractérisation de laboratoire avec des modèles numériques et des techniques synchrotron.

Notre équipe développe une méthode originale de caractérisation basée sur une technique synchrotron récente, la diffraction des rayons X cohérents, combinée avec une sollicitation mécanique *in situ*. La diffraction des rayons X cohérents est une technique synchrotron en plein développement, qui permet d'imager en 3D les micro/nano-structures cristallines, ainsi que leur champ de déformation. Il s'agit en fait d'une mesure en haute résolution du module au carré de la transformée de Fourier de l'échantillon, sans effet de moyenne d'ensemble, à partir de laquelle on peut retrouver la structure interne (forme, densité, champ de déformation élastique et défauts) de l'échantillon. La sollicitation *in situ* se fait grâce à une pointe d'AFM (Microscope à Force Atomique) qui exerce une déformation sur l'échantillon à la position du faisceau X microfocalisé. Cette méthode a récemment été développée à l'ESRF, en collaboration avec l'IN2MP de Marseille et notre équipe. Lors d'une expérience récente, nous avons étudié des îlots de cuivre de taille micrométrique épitaxiés sur du Tantale (Figure 1), et mesuré leur réflexion de Bragg 002. Les îlots de cuivre sont très contraints à cause de la relation avec le substrat, ce qui apparaît clairement dans la figure de diffraction cohérente (Figure 2). En outre, la figure de diffraction est fortement modifiée quand on appuie sur l'îlot avec la pointe AFM.

Le projet de thèse proposé consiste à développer ce type de mesures *in situ* sur des objets modèles. Il faudra mener une analyse complète du système Cu/Ta : concevoir, réaliser et caractériser de nouveaux échantillons au laboratoire. Nous disposons pour cela d'un large éventail d'instruments, tels qu'un bâti d'épitaxie par jets moléculaires, des microscopes optique, électronique et de champ proche, une installation de rayons X, etc... Un intérêt particulier sera porté sur les propriétés mécaniques : des tests mécaniques seront faits au laboratoire avec notre nouveau système de nano-indentation, et lors des expériences synchrotron avec le dispositif disponible à l'ESRF ou un dispositif développé au laboratoire. Les résultats expérimentaux seront analysés à l'aide de simulations par éléments finis et de simulations de dynamique des dislocations (DDD) en collaboration avec Daniel Weygand (Karlsruhe Institute of Technology).

Financement de la thèse par Grenoble-INP acquis.