



	Experiment title: Epitaxie et contrainte lors de la croissance de l'argent sur les faces basales de l'oxyde de zinc.	Experiment number: 32-3-74
Beamline: BM32	Date of experiment: from: 19 June 2002 to: 28 June 2002	Date of report: 14/10/2002
Shifts: 27	Local contact(s): Dr Gilles RENAUD (e-mail: renaud@drfmc.ceng.cea.fr)	<i>Received at ESRF:</i>
Names and affiliations N. Jedrecy, R. Lazzari, G. Renaud et J. Jupille		

Les interfaces formées par l'argent avec les deux surfaces basales de ZnO, outre l'intérêt qu'elles suscitent dans l'industrie verrière (confection de vitrages à propriétés bas-émissives ou anti-solaires) soulèvent différentes questions sur les raisons de la forte adhésion de l'argent sur ZnO (à l'inverse de la faible adhésion de celui-ci sur la plupart des oxydes transparents) et sur les paramètres influents de la croissance. Celle-ci s'effectue sur la base de plans métalliques (111) parallèles au plan (0001) de ZnO. Suivant l'état de surface de ZnO, et indépendamment du fait que celle-ci soit terminée Zn ou O, deux types d'épitaxie sont possibles. L'épitaxie I correspond à la relation azimuthale, $[110]_{\text{Ag}} // [210]_{\text{ZnO}}$, tandis que l'épitaxie II correspond à la relation azimuthale, $[110]_{\text{Ag}} // [100]_{\text{ZnO}}$. Dans le 1^{er} cas, le désaccord de paramètre de réseau vaut 2,75%, tandis que dans le 2nd cas, il vaut - 11%. Notre projet avait pour but de préciser les raisons de la stabilisation de l'une ou l'autre épitaxie, par des mesures GIXS (grazing incidence x-ray scattering) et GISAXS (grazing incidence small angle x-ray scattering) dans les premiers stades de croissance adoptant deux modes de préparation différents de la surface ZnO.

Pour des surfaces n'ayant subi aucun traitement ultra-vide ou alors un simple recuit, nous devions observer l'épitaxie I seule¹. Les surfaces préparées en juin 2002 ont donné lieu soit à l'épitaxie II seule, soit aux deux épitaxies en coexistence (sur la face Zn uniquement), l'épitaxie I devenant largement minoritaire avec la poursuite de la croissance. Par contre, si l'on part d'une surface ayant subi bombardement ionique et recuit, seule l'épitaxie II est observée. Si les raisons de la stabilisation de l'épitaxie I sont encore inconnues, il est clair que le mode de préparation 'bombardement + recuit' permet d'obtenir des tailles de domaine cohérent supérieures à ce qu'elles sont sans bombardement (le polissage des échantillons laisse une couche écroulée en surface mal ordonnée dont une large part reste mal cristallisée après un simple recuit). L'épitaxie II, malgré le fort désaccord de réseau qui lui est associé, est donc l'épitaxie à longue portée. Par ailleurs, pour cette épitaxie, l'argent ne présente aucun état de contrainte, et ce dès les premiers stades de croissance. Nous pensons que cette épitaxie est stabilisée grâce à la relation de coïncidence quasi-parfaite (à + 1.1 %o près) qui apparaît entre l'argent non contraint et l'oxyde, lorsqu'on considère 8 mailles d'Ag contre 9 mailles de ZnO. Nous espérons pouvoir mesurer les tiges de troncature de ZnO en fonction du dépôt d'argent, afin de mettre en évidence cette coïncidence des deux réseaux.

Malheureusement, les expériences ont été conduites à partir d'échantillons de faible épaisseur qu'il nous a fallu coller à l'indium sur des supports en molybdène (les échantillons épais spécialement découpés pour l'expérience ne nous ont pas été livrés à temps). Nous n'avons pu atteindre les températures de recuit (600-700°C) nécessaires à la recristallisation en surface : sublimation totale ou partielle de l'indium, chauffage non homogène, courbure de l'échantillon. Les largeurs de raies obtenues parallèlement à la surface étaient bien trop larges pour permettre une analyse quantitative fine de l'intensité des tiges de troncature. En effet, dans le cas d'une surface basale de ZnO deux types de terrasses sont présentes, correspondant à deux orientations différentes des liaisons de surface Zn-O ou O-Zn. Cette situation a pour effet de réduire l'influence de la relaxation en surface ou l'influence d'une faible fraction d'atomes adsorbés, sur l'intensité des tiges de troncature. Des tailles de terrasses d'au moins 500 Å sont donc absolument nécessaires si l'on veut mettre en évidence de faibles variations d'intensité des tiges de troncature en fonction du dépôt d'argent.

Nous avons néanmoins pu montrer la faisabilité de mesures GIXS et GISAXS en alternance. Les images GISAXS enregistrées après des dépôts équivalents à 2 et 15 Å sont présentées à titre d'exemple en figure 1 pour les faces O et Zn. La simulation de ces images de diffusion est en cours². Il apparaît clairement des différences entre les deux surfaces : le caractère 2D de la croissance est plus marqué dans le cas de la surface Zn, et la morphologie de l'îlot s'apparente davantage à un prisme à trois côtés alors qu'il s'agirait d'un prisme à 6 côtés dans le cas de la surface O. Ces observations sont vraisemblablement liées à l'état de surface des terrasses terminées Zn ou O, qui, dans le 1^{er} cas présentes des formations triangulaires (trous ou îlots de stoechiométrie ZnO) et dans le 2nd cas des formations hexagonales³.

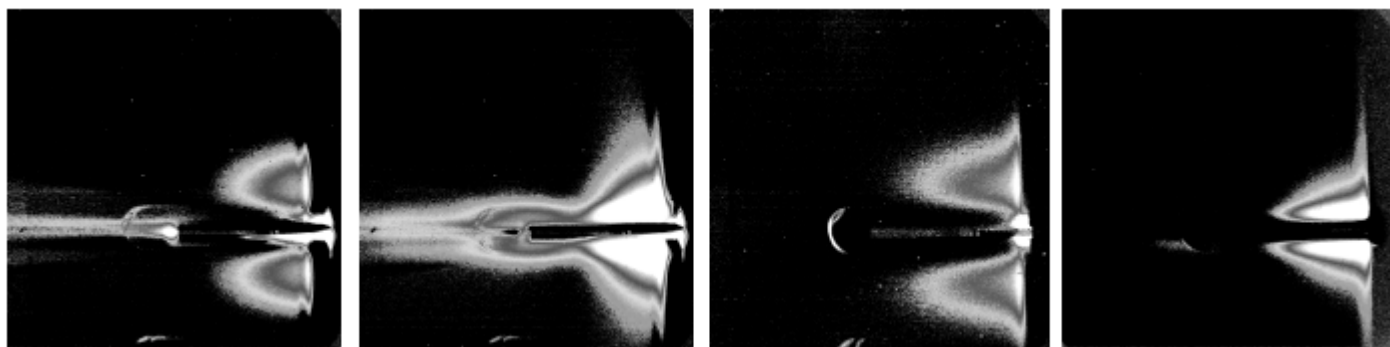


Fig. 1 . Images GISAXS après dépôts de 2 et 15 Å d'argent sur une surface O ou Zn

[1] S. Djanarthany, R. Lazzari, D. Martin et J. Jupille, résultats non publiés.

[2] R. Lazzari, *J. Appl. Cryst.* **35** (2002) 406

[3] O. Dulub, L. A. Boatner, U. Diebold, *Surf. Sci.* (2002) ***