

19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

11) N° de publication :
(à n'utiliser que pour les
commandes de reproduction)

2 921 477

21) N° d'enregistrement national : 07 06711

51) Int Cl⁸ : G 01 B 11/16 (2006.01)

12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

22) Date de dépôt : 25.09.07.

30) Priorité :

43) Date de mise à la disposition du public de la demande : 27.03.09 Bulletin 09/13.

56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : *Se reporter à la fin du présent fascicule*

60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

71) Demandeur(s) : CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE - CNRS Etablissement public à caractère industriel et commercial — FR.

72) Inventeur(s) : HYTCH MARTIN, SNOECK ETIENNE, HOUELLIER FLORENT et HUE FLORIAN.

73) Titulaire(s) :

74) Mandataire(s) : CABINET ORES.

54) PROCÉDE ET SYSTEME DE MESURE DE DEFORMATIONS A L'ECHELLE NANOMETRIQUE.

57) Procédé de mesure de déformations à l'échelle nanométrique dans une portion (B) d'un échantillon cristallin, comportant les étapes consistant à :

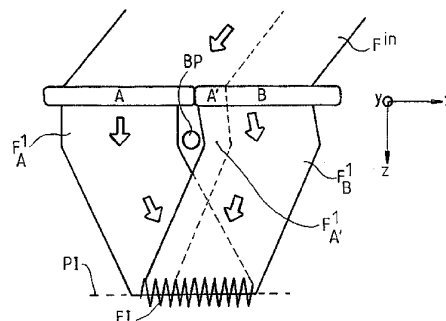
i. préparer un échantillon en forme de lame, comprenant une zone de mesure (B) et une zone de référence (A), supposée sans déformations et coplanaire avec la zone de mesure;

ii. éclairer une face dudit échantillon par un faisceau (F^{in}) d'électrons, ou d'un autre rayonnement adapté;

iii. superposer un faisceau (F^1_B) du rayonnement diffracté par la zone de mesure (B) avec un faisceau (F^1_A) du rayonnement diffracté par la zone de référence (A), de manière à faire interférer ces deux faisceaux;

iv. mesurer la périodicité spatiale et l'orientation des franges de la figure d'interférence (FI); et

v. en déduire une différence de paramètre cristallin et/ou d'orientation entre lesdites zones de référence et de mesure, indicative d'un état de déformation à l'échelle nanométrique de cette dernière.



FR 2 921 477 - A1



PROCEDE ET SYSTEME DE MESURE DE DEFORMATIONS A L'EHELLE NANOMETRIQUE

L'invention porte sur un procédé pour mesurer des déformations à l'échelle nanométrique dans un échantillon cristallin.

5 L'invention porte également sur un système pour la mise en œuvre d'un tel procédé.

Le procédé et le dispositif de l'invention visent à permettre de « cartographier » les contraintes dans un cristal, avec une résolution spatiale de l'ordre de quelques nanomètres. A cette échelle, les déformations induites
10 par les contraintes se traduisent par des déformations du réseau cristallin de l'échantillon.

La mesure de déformations à l'échelle nanométrique trouve des applications technologiques diverses. Actuellement, l'application la plus importante concerne la cartographie des contraintes dans les transistors
15 basées sur la technologie du silicium sous contrainte (« strained silicon »). Cette technologie, qui permet d'augmenter la fréquence de fonctionnement des dispositifs microélectroniques, est présentée dans le document « Intel's 90 nm Logic Technology Using Strained Silicon Transistors », M. Bohr, disponible sur l'Internet à l'adresse :

20 <http://www.intel.com/research/downloads/Bohr-Strained-Silicon-120403.pdf>.

Les techniques conventionnelles de mesure des déformations d'un échantillon, basées par exemple sur l'holographie optique, ne permettent pas d'atteindre des résolutions spatiales à l'échelle nanométrique. Les
25 techniques connues de l'art antérieur et présentant une résolution suffisante sont basées sur la microscopie électronique en transmission, soit en mode diffractive, soit en mode d'imagerie. Ces techniques sont décrites de manière synthétique dans l'article de B. Foran et al. « Strain measurement by transmission electron microscopy », Future Fab International, 20 (2006) 127.

30 Parmi les techniques basées sur la diffraction des électrons on peut citer la CBED (diffraction d'électrons à faisceau convergent), la LACBED (CBED à grands angles) et la NBD (diffraction à faisceau

nanométrique). Les deux premières techniques présentent l'inconvénient de ne fournir des informations sur la déformation de l'échantillon étudié que par comparaison entre les données de mesure et les résultats d'une simulation : les mesures sont donc indirectes et dépendent fortement des paramètres choisis pour la simulation. La dernière technique manque de précision. Par ailleurs, ces techniques rencontrent des difficultés quand le gradient des déformations est trop fort, par exemple dans le canal d'un transistor à silicium sous contrainte. En outre les mesures sont ponctuelles, ou tout au plus effectuées sur une ligne, et doivent donc être répétées plusieurs fois pour permettre de cartographier en deux dimensions les déformations d'un échantillon.

La technique d'imagerie basée sur le contraste de diffraction (QEDC) souffre d'inconvénients similaires.

D'autres techniques d'imagerie, telles que la microscopie électronique en transmission à haute résolution (HRTEM) présentent au contraire l'avantage d'être « directes », et de ne dépendre pas d'un choix particulier de paramètres de simulations. Cependant, ces techniques ne fournissent qu'une image du réseau cristallin à l'échelle nanométrique ; la détermination d'un état de déformation suppose qu'un réseau de référence soit disponible. Or, pour imager un réseau cristallin, il est nécessaire de l'agrandir très fortement (d'un facteur d'environ $5 \cdot 10^5$), ce qui implique que le champ de vue est nécessairement étroit (de l'ordre de 100 – 150 nm). Il n'est donc pas possible, en général, de visualiser en même temps une région déformée et une région sans déformation qui puisse servir de référence.

Par ailleurs, toutes ces techniques (et plus particulièrement la HRTEM) ne fonctionnent de manière satisfaisante qu'avec des échantillons très minces, d'une épaisseur de quelques dizaines de nanomètres au plus pour la HRTEM. Or, lorsqu'on extrait une lame aussi fine d'une structure massive, les contraintes se relaxent de manière significative. Les déformations mesurées dans l'échantillon ne sont donc plus représentatives de celles présentes dans la structure d'origine. Ce problème est bien connu dans la technique : voir par exemple l'article de M. M. J. Treacy et al. « On

elastic relaxation and long wavelength microstructures in spinoidally decomposed $\text{In}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}_y\text{P}_{1-y}$ epitaxial layers » Philos. Mag. A 51 (1985) 389.

L'invention vise à rendre disponible une technique de mesure des déformations cristallines d'un échantillon, avec une résolution spatiale à l'échelle nanométrique, ne présentant pas au moins certains des inconvénients de l'art antérieur.

Un objet de l'invention est donc un procédé de mesure de déformations à l'échelle nanométrique dans une portion d'un échantillon cristallin, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes consistant à :

i. préparer un échantillon cristallin en forme de lame à faces sensiblement parallèles, ledit échantillon comprenant une première zone, dite de mesure, dont on veut mesurer les déformations cristallines, et une seconde zone, dite de référence, supposée sans déformations et coplanaire avec la première zone ;

ii. éclairer une face dudit échantillon par un faisceau spatialement cohérent d'un rayonnement susceptible d'être diffracté par le réseau cristallin de l'échantillon ;

iii. superposer un faisceau du rayonnement diffracté par la zone de mesure de l'échantillon avec un faisceau du même rayonnement diffracté, au même ordre, par la zone de référence, de manière à faire interférer ces deux faisceaux diffractés au niveau d'un plan dit plan image ;

iv. mesurer la périodicité spatiale et l'orientation des franges de la figure d'interférence qui en résulte ; et

v. en déduire une différence de paramètre cristallin et/ou d'orientation entre lesdites zones de référence et de mesure, indicative d'un état de déformation à l'échelle nanométrique de cette dernière.

Selon des modes de réalisation particuliers du procédé de l'invention :

- Ladite étape consistant à superposer deux faisceaux dudit rayonnement diffractés par lesdites zones de référence et de mesure peut comporter l'utilisation d'un dispositif de déflexion d'au moins l'un desdits faisceaux.

- Ledit dispositif de déflexion peut être un dispositif de type biprisme.
- Le procédé peut comporter également :
 - vi. une étape de calibrage, pour mesurer la modification de direction du ou des faisceaux diffractés introduite par ledit dispositif de déflexion ; et
 - l'utilisation de l'information ainsi obtenue lors de l'étape v. de détermination d'une différence de paramètre cristallin entre lesdites zones de référence et de mesure.
- 10 - Selon une première variante de l'invention, lors de ladite étape de calibrage :
 - vi-a. on superpose, pour les faire interférer au niveau dudit plan image, deux parties spatialement distinctes d'un même faisceau diffracté par l'une seule desdites zones de l'échantillon ; et
 - 15 vi-b. on mesure la périodicité spatiale et l'orientation des franges de la figure d'interférence qui en résulte, et qui constitue l'information de calibrage recherchée.
 - Selon une deuxième variante de l'invention, lors de ladite étape de calibrage :
 - 20 vi-a'. on génère un faisceau de rayonnement cohérent sensiblement identique à celui utilisé pour la mesure de déformation cristalline ;
 - vi-b'. à l'aide dudit dispositif de déflexion, on décompose une composante non diffractée dudit faisceau en deux parties qui se superposent et interfèrent au niveau dudit plan image ;
 - 25 vi-c'. on mesure la périodicité spatiale et l'orientation des franges de la figure d'interférence qui en résulte, et qui constitue l'information de calibrage recherchée.
 - L'étape v. de détermination d'une différence de paramètre cristallin et/ou d'orientation entre lesdites zones de référence et de mesure peut comporter le calcul, à partir de la mesure de la périodicité spatiale et de l'orientation des franges d'interférence, d'une différence entre des
- 30

composantes des vecteurs d'onde des faisceaux diffractés par la zone de mesure et par la zone de référence ; la détermination, lors de ladite étape vi. de calibrage, d'une composante d'un vecteur d'onde représentatif de la déflexion introduite par ledit dispositif ; et la soustraction de ladite composante du vecteur d'onde représentatif de la déflexion introduite par ledit dispositif, de ladite différence entre des composantes des vecteurs d'onde des faisceaux diffractés ; ce qui fournit comme résultat une différence entre des composantes des vecteurs des réseaux cristallins réciproques desdites zones de référence et de mesure, indicative d'une déformation à l'échelle nanométrique de cette dernière.

- Ladite ou chaque étape de mesure de la périodicité spatiale de franges d'interférence peut comporter :

iv-a. l'acquisition d'une image de la figure d'interférence (FI) au niveau dudit plan image ;

iv-b. la conversion de ladite image en format numérique ; et

iv-c. la détermination de la périodicité et de l'orientation desdites franges par une méthode de traitement d'images, et en particulier par la méthode d'analyse des phases géométriques.

- Les faisceaux diffractés utilisés pour les mesures peuvent former entre eux un angle, rapporté au plan de l'échantillon, compris entre 1 et 20 mrad.

- Les étapes ii. à v. peuvent être répétées une deuxième fois, en utilisant des faisceaux diffractés selon des vecteurs de diffraction non colinéaires aux vecteurs de diffraction de la première mesure, pour déterminer un tenseur de déformation en deux dimensions de la zone de mesure dudit échantillon.

- Les étapes ii. à v. peuvent également être répétées une troisième fois en utilisant des faisceaux diffractés selon des vecteurs de diffraction non coplanaires aux vecteurs de diffraction de la première et de la deuxième mesure, pour déterminer un tenseur de déformation en trois dimensions de la zone de mesure dudit échantillon.

- L'échantillon peut être sensiblement transparent au rayonnement incident, auquel cas une diffraction vers l'avant dudit rayonnement peut être exploité pour la mesure.

- Le rayonnement utilisé peut être constitué par un faisceau d'électrons, en particulier présentant une énergie comprise entre 20 keV et 3 MeV, et de préférence entre 80 keV et 300 keV. L'épaisseur dudit échantillon dépend de l'énergie des électrons et peut être typiquement comprise entre 1 nm et 500 nm, et de préférence entre 100 nm et 300 nm. Dans le cas d'électrons à plusieurs MeV, l'épaisseur de l'échantillon peut atteindre plusieurs micromètres.

- L'échantillon peut être en particulier une tranche d'un dispositif électronique réalisé à partir d'un substrat semiconducteur, la zone de référence dudit échantillon correspondant à une région du substrat plus éloignée de ladite surface que la zone de mesure.

Un autre objet de l'invention est un système de mesure de déformations à l'échelle nanométrique dans une portion d'un échantillon cristallin par un procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit système comporte : un support pour un échantillon cristallin en forme de lame à faces sensiblement parallèles ; des moyens d'éclairage pour éclairer une face dudit échantillon par un faisceau spatialement cohérent d'un rayonnement susceptible d'être diffracté par le réseau cristallin de l'échantillon ; un montage optique pour superposer un faisceau du rayonnement diffracté par une première zone de l'échantillon avec un faisceau du même rayonnement diffracté, au même ordre, par une seconde zone, coplanaire avec ladite première zone, de manière à faire interférer ces deux faisceaux diffractés au niveau d'un plan dit plan image ; un moyen pour mesurer la périodicité spatiale des franges de la figure d'interférence qui en résulte ; et un moyen de traitement des données pour calculer, à partir de ladite périodicité spatiale, une différence de paramètre cristallin entre lesdites première et seconde zone de l'échantillon, indicative d'un état de déformation à l'échelle nanométrique de l'une de ces zones par rapport à l'autre.

D'autres caractéristiques, détails et avantages de l'invention ressortiront à la lecture de la description faite en référence aux dessins annexés donnés à titre d'exemple et qui représentent, respectivement :

- la figure 1, un schéma de principe d'un procédé de mesure de déformations cristallines par observation de « franges de moiré » ;
- la figure 2, un schéma de principe du procédé de l'invention ;
- la figure 3, un schéma simplifié d'un système de microscopie électronique en transmission pour la mise en œuvre du procédé de l'invention ; et
- la figure 4, le résultat d'une mesure de déformation cristalline dans un transistor réalisée conformément à l'invention.

La figure 1 montre un schéma de principe d'une technique, connue en particulier de l'ouvrage de P. B. Hirsch et al « Electron Microscopy of Thin Crystals, 2nd Edition », Krieger, Malabar Florida, 1977, chapitre 15, permettant de mettre en évidence des différences entre les réseaux cristallins de deux matériaux.

Pour mettre en œuvre cette technique on doit réaliser un empilement de deux échantillons (A et B) des matériaux dont on veut comparer les réseaux cristallins. Cet empilement est éclairé par un faisceau spatialement cohérent d'électrons, F^{in} , qui le traverse et dont une portion est diffractée par les deux réseaux cristallins. On indique par F^1_A le faisceau diffracté au premier ordre par l'échantillon A, et par F^1_B le faisceau diffracté, également au premier ordre, par l'échantillon B ; on néglige la portion du rayonnement qui est diffractée par les deux échantillons à la fois, et on ne s'intéresse ni à la transmission à l'ordre zéro, ni aux ordres supérieurs de diffraction.

Si les réseaux cristallins des échantillons A et B ne sont pas identiques, les faisceaux F^1_A et F^1_B se propagent selon des directions différentes, et interfèrent entre eux. En mesurant la périodicité spatiale de la figure d'interférence FI dans un plan image PI, on peut obtenir une information sur la différence entre les vecteurs de diffusion dans A et dans B.

On en déduit la différence entre les paramètres cristallins des deux échantillons (ou plutôt, une composante de cette différence, qui est une grandeur vectorielle).

En principe, cette technique pourrait être appliquée à la cartographie des déformations dans un matériau. Il faudrait à cet effet superposer deux échantillons du même matériau, l'un présentant un champ de déformations à caractériser et l'autre, supposé non déformé, utilisé en tant que référence. Cependant, en pratique, une telle application se heurterait à des difficultés quasiment insurmontables. En effet, il n'est pas simple de préparer un empilement d'échantillons ayant la configuration nécessaire. En outre, pour pouvoir interpréter correctement les résultats il faudrait connaître très précisément l'orientation relative des réseaux cristallins des deux échantillons.

Par ailleurs, si les déformations du réseau cristallin sont relativement faibles (de l'ordre de quelques pourcent), les franges d'interférences seront très espacées entre elles, par conséquent la résolution spatiale de la mesure sera médiocre. Par exemple, dans le cas des plans (111) du silicium, une déformation de 1% produirait des franges de 30 nm de largeur, ce qui donnerait une résolution spatiale d'environ 60 nm.

Le procédé de l'invention se base également sur l'observation de franges d'interférence entre faisceaux d'électrons diffractés par un réseau cristallin déformé et par un réseau de référence, mais utilise une configuration expérimentale plus facile à mettre en œuvre et permettant d'atteindre une meilleure résolution spatiale.

L'idée à la base de l'invention, représentée sur la figure 2, consiste à disposer les deux zones cristallines, celle dont on veut cartographier les contraintes (A) et celle qui sert de référence (B), côte à côte. Les faisceaux diffractés par les deux zones, F_A^1 et F_B^1 , sont ensuite faits converger sur un écran de détection disposé dans un plan image PI à l'aide d'un dispositif de déflexion BP, par exemple un biprisme électrostatique.

La nouvelle configuration est avantageuse, car elle permet de s'affranchir des problèmes liés au désalignement des réseaux cristallins des

deux zones à comparer. Par ailleurs, les échantillons sont plus faciles à préparer : il suffit par exemple d'extraire une « tranche » d'un substrat semiconducteur à la surface duquel est réalisé un dispositif électronique de type transistor, le plan de coupe étant perpendiculaire à ladite surface. Dans ce cas, le dispositif électronique de surface constitue la zone à mesurer, et la partie plus profonde du substrat forme la zone de référence. On sait couper de telles tranches, avec le niveau de précision souhaité et une épaisseur de l'ordre de 100 nm ou plus, avec la technique des faisceaux ioniques focalisés. Voir par exemple l'article de T. Ishitani, K. Umemura, T. Ohnishi, T. Yaguchi et T. Kamino « Improvements in performance of focused ion beam cross-sectioning: aspects of ion-sample interaction », *Journal of Electron Microscopy* 53 (2004) 443–449.

La technique de l'invention peut s'appliquer à des échantillons en forme de lame à face planes parallèles ayant une épaisseur relativement importante, de manière indicative comprise entre 50 et 600 nm et de préférence entre 100 et 300 nm (à comparer avec les 10 nm de la technique HRTEM), ce qui atténue le problème de la relaxation des contraintes. Cela est dû au fait que seul un ordre de diffraction du faisceau de rayonnement est sélectionné, ce qui limite l'augmentation du bruit de fond due à toute la diffusion dudit rayonnement par l'échantillon. Le contraste est amélioré par rapport à la technique HRTEM à cause de la séparation plus importante des franges, qui sont donc plus faciles à imager.

En revanche, il faut que l'échantillon présente une épaisseur constante avec une bonne précision (meilleure de 15%, de préférence meilleure de 5%), mais cela peut être obtenu de manière relativement simple par la technique précitée des faisceaux ioniques focalisés.

L'utilisation d'un dispositif de déflexion de type biprisme pour faire converger les faisceaux F_A^1 et F_B^1 présente également l'avantage d'augmenter l'angle entre lesdits faisceaux. Il en résulte des franges d'interférence avec une période spatiale moindre par rapport à la technique de moiré « classique » (figure 1), et par conséquent une meilleure résolution spatiale de la mesure. A titre d'exemple, les faisceaux F_A^1 et F_B^1 peuvent

former entre eux un angle, rapporté au plan de l'échantillon (plan objet), compris entre 1 et 20 mrad (milliradians). L'angle « rapporté au plan de l'échantillon » est l'angle réel formé par les faisceaux lorsqu'ils interfèrent au niveau du détecteur (plan image), multiplié par le grandissement du système de projection généralement disposé en amont de ce dernier (lentilles 15, 16 sur la figure 3).

On donne maintenant une description mathématique du principe de la technique de l'invention (les symboles en caractères gras représentent des grandeurs vectorielles).

Soit \mathbf{k}_0 le vecteur d'onde du faisceau électronique incident sur l'échantillon, F_{IN} , et \mathbf{g}_A , \mathbf{g}_B les vecteurs du réseau réciproque correspondant aux plans cristallins responsables de la diffraction dans les zones A et B, respectivement. On sait de la théorie de la diffraction que les vecteurs d'onde des faisceaux F_A^1 et F_B^1 , indiqués par \mathbf{k}_A et \mathbf{k}_B , sont données par : $\mathbf{k}_A = \mathbf{k}_0 + \mathbf{g}_A$ et $\mathbf{k}_B = \mathbf{k}_0 + \mathbf{g}_B$; les angles de diffractions associés au vecteurs \mathbf{g}_A , \mathbf{g}_B sont généralement de l'ordre de 2 – 40 mrad, et typiquement compris entre 8 et 20 mrad. L'action du biprisme BP sur ces faisceaux peut être représenté par un vecteur d'onde additionnel \mathbf{q}_c ; en supposant une action de déflexion symétrique on peut écrire, après le biprisme, $\mathbf{k}_A = \mathbf{k}_0 + \mathbf{g}_A + 1/2 \mathbf{q}_c$ et $\mathbf{k}_B = \mathbf{k}_0 + \mathbf{g}_B - 1/2 \mathbf{q}_c$. Dans le plan image PI, la superposition des deux faisceaux produit une figure d'interférence dont la périodicité (définie comme étant égale au réciproque de la période) est donnée par $\mathbf{k}_H = \mathbf{k}_B - \mathbf{k}_A = \mathbf{g}_B - \mathbf{g}_A - \mathbf{q}_c$. Si on connaît la valeur de \mathbf{q}_c , on peut en déduire $\mathbf{g}_B - \mathbf{g}_A$, qui caractérise la déformation du réseau cristallin de la zone « de mesure » B par rapport à celui de la zone de référence A. Ce vecteur, en soi, est peu informatif : par exemple, il ne permet pas de distinguer une modification du paramètre cristallin (due à une compression ou à une dilatation) d'une rotation du réseau. Pour pouvoir exploiter le résultat de la mesure, il est généralement nécessaire de connaître, en plus, la direction et le module du vecteur \mathbf{g}_A (vecteur réciproque du réseau de la zone de référence). Cela se fait sans difficulté particulière en observant la figure de diffraction produite par la zone

de référence à l'infini (concrètement, dans le plan du diaphragme 14 du dispositif représenté sur la figure 3), ce qui donne la direction. Le module peut être calculé à partir des paramètres connus du cristal A et rapporté au plan image en prenant en compte le grandissement.

5 La mesure de la périodicité et de l'orientation des franges d'interférence ne pose pas de difficultés particulières : il suffit d'acquérir une image de la figure d'interférence à l'aide d'un capteur adapté, tel qu'une matrice CCD, la convertir en format numérique, puis effectuer un traitement mathématique de l'image. Un tel traitement peut être basé, par exemple, sur
10 la méthode d'analyse des phases géométriques (GPA), connu de l'article de M. J. Hÿtch et al. « Quantitative measurement of displacement and strain fields from HREM micrographs », Ultramicroscopy 74 (1998) 131, voir en particulier les paragraphes 2.2 et 3. Bien que d'autres méthodes d'analyse puissent également être utilisées, la méthode GPA est particulièrement
15 avantageuse. Pour cette raison son utilisation sera décrite de manière détaillée.

Premièrement, on calcule la transformé de Fourier de la figure d'interférence. Puis, on sélectionne uniquement la partie de cette transformée de Fourier correspondant à la périodicité des franges
20 holographiques, égal (approximativement) à q_c , à l'aide d'un masque présentant une largeur de l'ordre de cette périodicité. La transformée de Fourier inverse de cette zone sélectionnée donne un signal bidimensionnel complexe, dont la phase est dite « image de phase géométrique brute » (« raw-phase image ») et contient toute l'information relative à la déformation
25 de la zone B de l'échantillon qui peut être obtenue par le procédé de l'invention. Notamment, le dérivé de la phase donne la périodicité et l'orientation locales des franges.

Pour corriger les distorsions du système optique utilisée pour la mise en œuvre du procédé, il est possible d'effectuer une mesure de
30 référence avec un cristal « parfait », ou des hologrammes de référence, dont la phase géométrique brute devrait être une fonction linéaire. Tout écart par rapport à l'allure linéaire attendue est dû aux distorsions du système optique,

et peut donc être soustraite à l'image de phase brute de l'échantillon à étudier, suivant la procédure décrite par Hübner et al. « Calibration of projector lens distortions » J. Electron Microscopy 54 (2005) 181-190.

Le module et la direction du vecteur d'onde de déflexion \mathbf{q}_c constituent des paramètres de calibrage importants ; il est donc préférable de les mesurer, plutôt que de les estimer sur la base de simulations.

Une première possibilité pour mesurer ces paramètres de calibrage est de faire interférer les faisceaux transmis à l'ordre zéro, éventuellement en l'absence de l'échantillon. On comprend facilement que la mesure de la périodicité des franges donne directement le module de \mathbf{q}_c , tandis que leur orientation donne sa direction.

Une autre possibilité, représentée sur les figures 2 et 3, consiste à positionner le biprisme BP de manière excentrée par rapport à la frontière entre les zones de référence et de mesure ; par exemple, dans le cas des figures, le fil réalisant le biprisme est disposé au-dessous de la zone de référence. On indique par A' la partie de la zone de référence qui se trouve « au-delà » du biprisme, du côté de la zone B. Dans ces conditions, le rayonnement $F_{A'}^1$ diffracté par la région A' interfère avec le rayonnement F_A^1 diffracté par le restant de la zone de référence, A. Comme $\mathbf{g}_{A'} = \mathbf{g}_A$, une partie de la figure d'interférence présentera des franges de périodicité spatiale égale à \mathbf{q}_c . Si la méthode GPA est appliquée au procédé à l'invention, le vecteur \mathbf{q}_c sera donné par le gradient de la partie de l'image de phase brute correspondant à la zone A'.

Une seule mesure ne permet pas de caractériser complètement le tenseur de déformation dans l'échantillon étudié. En effet, en se référant au système d'axes cartésiens représenté à côté de la figure 2, une mesure effectuée conformément à ladite figure ne fournit que des informations sur la distance interatomique le long de l'axe \mathbf{g}_A (qui est ici supposé coïncider sensiblement avec l'axe X).

Un champ de déformation en deux dimensions peut être déterminé en effectuant deux mesures successives. Il est nécessaire que les vecteurs de diffraction $\mathbf{g}''_A, \mathbf{g}''_B$ des faisceaux diffractés sélectionnés pour la

deuxième mesure ne soient pas colinéaires aux vecteurs de diffraction correspondants, \mathbf{g}'_A , \mathbf{g}'_B , de la première mesure. Par dérivation des images de phase correspondantes, on peut facilement calculer le tenseur de déformation du réseau cristallin de la zone de mesure par rapport à celui de la zone de référence : voir l'article précité de M. J. Hÿtch et al., paragraphe 4.

Une troisième mesure, effectuée en sélectionnant des faisceaux diffractés selon des vecteurs de diffraction \mathbf{g}'''_A , \mathbf{g}'''_B non coplanaires avec les vecteurs correspondants de la première et de la deuxième mesure, peut permettre de déterminer un champ de déformation en trois dimensions. Un facteur de correction doit être appliqué au champ de déplacement déterminé lors de la troisième mesure, pour prendre en compte le fait que le vecteur \mathbf{g}'''_A (respectivement, \mathbf{g}'''_B) est incliné par rapport au plan \mathbf{g}'_A , \mathbf{g}''_A (\mathbf{g}'_B , \mathbf{g}''_B).

La figure 3 montre une vue simplifiée d'un système pour la mise en œuvre du procédé de l'invention.

Le système comporte un canon à électrons 11 pour la génération d'un faisceau spatialement cohérent d'électrons, F^{in} . Après avoir été collimaté par un condenseur électromagnétique 12, le faisceau est dirigé vers un échantillon A/A'/B, maintenu par un porte échantillon 18. L'angle d'incidence du faisceau F^{in} sur l'échantillon est choisi de manière à permettre la diffraction dudit faisceau par des plans atomiques du cristal.

En aval de l'échantillon, un diaphragme 14, situé dans le plan focal d'un objectif 13, sélectionne uniquement le rayonnement diffracté au premier ordre, F_A^1 , $F_{A'}^1$, F_B^1 et supprime, en particulier, le rayonnement transmis à l'ordre zéro F_A^0 , $F_{A'}^0$, F_B^0 . Les faisceaux diffractés sont ensuite déviés par un biprisme BP, constitué par un fil conducteur chargé à un potentiel prédéterminé, typiquement compris entre 40 et 400 V, mais dépendant entre autres de l'énergie du faisceau d'électrons. La figure montre un dispositif utilisant un biprisme simple ; l'utilisation de biphismes multiples peut s'avérer avantageuse afin de pouvoir régler de manière indépendante le champ de vue et la résolution spatiale de la mesure.

Ensuite, un système de lentilles de projection 15, 16 superpose les faisceaux F_A^1 et $F_{A'}^1 - F_B^1$ dans un plan image FI, où est disposé un détecteur matriciel 17 relié à un moyen d'élaboration des données 20 qui calcule la périodicité des franges d'interférence et en déduit une composante

5 de la différence de paramètre cristallin entre les zones A et B de l'échantillon.

Le système de la figure 3 est basé sur un microscope électronique en transmission. En effet, pour des raisons technologiques, l'utilisation de faisceaux d'électrons est généralement préférée. La nature physique du rayonnement utilisé n'a pas une importance fondamentale,

10 pourvu que ce rayonnement présente la cohérence spatiale requise et ait une longueur d'onde du même ordre de grandeur du paramètre cristallin de l'échantillon. Bien entendu, il faut également qu'un dispositif de déflexion des faisceaux soit disponible. On peut donc envisager des modes de réalisation de l'invention exploitant la diffraction de rayons X, de neutrons, d'ions et

15 même d'atomes neutres.

La figure 4 montre un exemple de carte des déformations – et plus précisément de la composante ε_{xx} du tenseur de déformation – obtenu par la méthode de l'invention. L'échantillon est constitué par une tranche d'un transistor à effet de champ de type MOSFET, réalisé selon la technologie du

20 silicium sous contrainte. On peut observer que le canal C du transistor, compris entre la source S et le collecteur (drain) D, est en compression d'environ 1,3% par rapport à la partie « profonde » SP du substrat, qui sert de référence. Le carré désigné par H montre le champ visuel de la technique HRTEM. On peut voir que cette technique ne permet pas d'imager en même

25 temps la zone sous contrainte et une zone de référence : elle ne permet donc pas de quantifier la déformation cristalline, sauf par comparaison de plusieurs images distinctes, ce qui est susceptible d'introduire des erreurs de mesure inacceptables.

Dans une mesure effectuée conformément à l'invention, le

30 champ de vue est typiquement de l'ordre de $2 \mu\text{m}$ parallèlement à l'interface entre les zones A' et B, et d'environ 250 nm perpendiculairement à ladite interface. Mais des champs de vue plus larges, par exemple jusqu'à $4 \mu\text{m} \times 2$

μm , peuvent être obtenus. La résolution spatiale est de l'ordre de quelques nanomètres, typiquement 2 à 4. Les champs de déplacement et les tenseurs de déformation peuvent être mesurés avec une précision qui dépend de la résolution spatiale ; par exemple, avec une résolution de 4 nm on peut
5 atteindre une précision de l'ordre de 0,2%, et avec une résolution de 2 nm une précision de 0,4% environ.

La technique peut être utilisée pour cartographier les déformations dans des échantillons de nature différentes : des dispositifs microélectroniques, comme dans le cas de la figure 4, mais également des
10 tranches d'un système de couches minces ou revêtements déposés sur un substrat, une zone endommagée ou perturbée d'un échantillon cristallin, une région d'interface entre deux cristaux, etc. Par ailleurs, les zones de référence et de mesure ne doivent pas nécessairement être en contact direct entre
elles : on peut également imaginer de poser deux cristaux l'un à côté de
15 l'autre sur un porte-échantillon adapté, tel qu'une pellicule de carbone.

REVENDICATIONS

1. Procédé de mesure de déformations à l'échelle nanométrique dans une portion (B) d'un échantillon cristallin, caractérisé en ce qu'il comporte les étapes consistant à :

- 5 i. préparer un échantillon cristallin en forme de lame à faces sensiblement parallèles, ledit échantillon comprenant une première zone (B), dite de mesure, dont on veut mesurer les déformations cristallines, et une seconde zone (A), dite de référence, supposée sans déformations et coplanaire avec la première zone ;
- 10 ii. éclairer une face dudit échantillon par un faisceau (F^{in}) spatialement cohérent d'un rayonnement susceptible d'être diffracté par le réseau cristallin de l'échantillon ;
- iii. superposer un faisceau (F^1_B) du rayonnement diffracté par la zone de mesure (B) de l'échantillon avec un faisceau (F^1_A) du même rayonnement diffracté, au même ordre, par la zone de référence (A), de
15 manière à faire interférer ces deux faisceaux diffractés au niveau d'un plan dit plan image (PI) ;
- iv. mesurer la périodicité spatiale et l'orientation des franges de la figure d'interférence (FI) qui en résulte ; et
- 20 v. en déduire une différence de paramètre cristallin et/ou d'orientation entre lesdites zones de référence et de mesure, indicative d'un état de déformation à l'échelle nanométrique de cette dernière.

2. Procédé selon la revendication 1, dans lequel ladite étape consistant à superposer deux faisceaux dudit rayonnement diffractés par
25 lesdites zones de référence et de mesure comporte l'utilisation d'un dispositif de déflexion (BP) d'au moins l'un desdits faisceaux (F^1_A , F^1_B).

3. Procédé selon la revendication 2, dans lequel ledit dispositif de déflexion (BP) est un dispositif de type biprisme.

4. Procédé selon l'une des revendications 2 ou 3,
30 comportant également

vi. une étape de calibrage, pour mesurer la modification de direction du ou des faisceaux diffractés (F^1_A , F^1_B) introduite par ledit dispositif de déflexion (BP) ; et

5 de détermination d'une différence de paramètre cristallin entre lesdites zones de référence et de mesure.

5. Procédé selon la revendication 4 où, lors de ladite étape de calibrage :

10 vi-a. on superpose, pour les faire interférer au niveau dudit plan image, deux parties spatialement distinctes (F^1_A , $F^1_{A'}$) d'un même faisceau diffracté par l'une seule (A , A') desdites zones de l'échantillon ; et

vi-b. on mesure la périodicité spatiale et l'orientation des franges de la figure d'interférence qui en résulte, et qui constitue l'information de calibrage recherchée.

15 6. Procédé selon la revendication 4 où, lors de ladite étape de calibrage :

vi-a'. on génère un faisceau de rayonnement cohérent (F^{in}) sensiblement identique à celui utilisé pour la mesure de déformation cristalline ;

20 vi-b'. à l'aide dudit dispositif de déflexion (PB), on décompose une composante non diffractée dudit faisceau en deux parties qui se superposent et interfèrent au niveau dudit plan image ;

25 vi-c'. on mesure la périodicité spatiale et l'orientation des franges de la figure d'interférence qui en résulte, et qui constitue l'information de calibrage recherchée.

7. Procédé selon l'une des revendications 4 à 6, dans lequel l'étape v. de détermination d'une différence de paramètre cristallin entre lesdites zones de référence et de mesure comporte :

30 - le calcul, à partir de la mesure de la périodicité spatiale et l'orientation des franges d'interférence, d'une différence entre des composantes des vecteurs d'onde des faisceaux diffractés par la zone de mesure et par la zone de référence ;

- la détermination, lors de ladite étape vi. de calibrage, d'une composante d'un vecteur d'onde représentatif de la déflexion introduite par ledit dispositif (BP) ; et

- la soustraction de ladite composante du vecteur d'onde représentatif de la déflexion introduite par ledit dispositif, de ladite différence entre des composantes des vecteurs d'onde des faisceaux diffractés ;

ce qui fournit comme résultat une différence entre des composantes des vecteurs des réseaux cristallins réciproques desdites zones de référence et de mesure, indicative d'une déformation à l'échelle nanométrique de cette dernière.

8. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel ladite ou chaque étape de mesure de la périodicité spatiale de franges d'interférence comporte :

iv-a. l'acquisition d'une image de la figure d'interférence (FI) au niveau dudit plan image ;

iv-b. la conversion de ladite image en format numérique ; et

iv-c. la détermination de la périodicité desdites franges par une méthode de traitement d'images.

9. Procédé selon la revendication 8, dans lequel ladite méthode est la méthode d'analyse des phases géométriques.

10. Procédé selon l'une des revendications 2 à 9, dans lequel les faisceaux diffractés (F^1_A , F^1_B) forment entre eux un angle, rapporté au plan de l'échantillon, compris entre 1 et 20 mrad.

11. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel les étapes ii. à v. sont répétées une deuxième fois, en utilisant des faisceaux (F^1_A , F^1_B) diffractés selon des vecteurs de diffraction non colinéaires aux vecteurs de diffraction de la première mesure, pour déterminer un tenseur de déformation en deux dimensions de la zone de mesure (B) dudit échantillon.

12. Procédé selon la revendication 11, dans lequel les étapes ii. à v. sont répétées une troisième fois en utilisant des faisceaux (F^1_A , F^1_B)

diffractés selon des vecteurs de diffraction non coplanaires aux vecteurs de diffraction de la première et de la deuxième mesure, pour déterminer un tenseur de déformation en trois dimensions de la zone de mesure (B) dudit échantillon.

5 13. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel l'échantillon est sensiblement transparent au rayonnement incident (F^{in}), et une diffraction vers l'avant dudit rayonnement est exploité pour la mesure.

10 14. Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le rayonnement utilisé (F^{in}) est constitué par un faisceau d'électrons.

15 15. Procédé selon la revendication 14, dans lequel ledit faisceau d'électrons (F^{in}) présente une énergie comprise entre 20 keV et 3 MeV, et de préférence entre 80 keV et 300 keV.

15 16. Procédé selon l'une des revendications 14 ou 15 lorsqu'elle dépend de la revendication 10, dans lequel ledit échantillon (A, B) présente une épaisseur comprise entre 50 nm et 600 nm, et de préférence entre 100 nm et 300 nm.

20 17. Procédé selon l'une des revendications précédentes dans lequel l'échantillon (A, B) est une tranche d'un dispositif électronique réalisé à partir d'un substrat semiconducteur, la zone de référence dudit échantillon correspondant à une région du substrat (SP) plus éloignée de ladite surface que la zone de mesure.

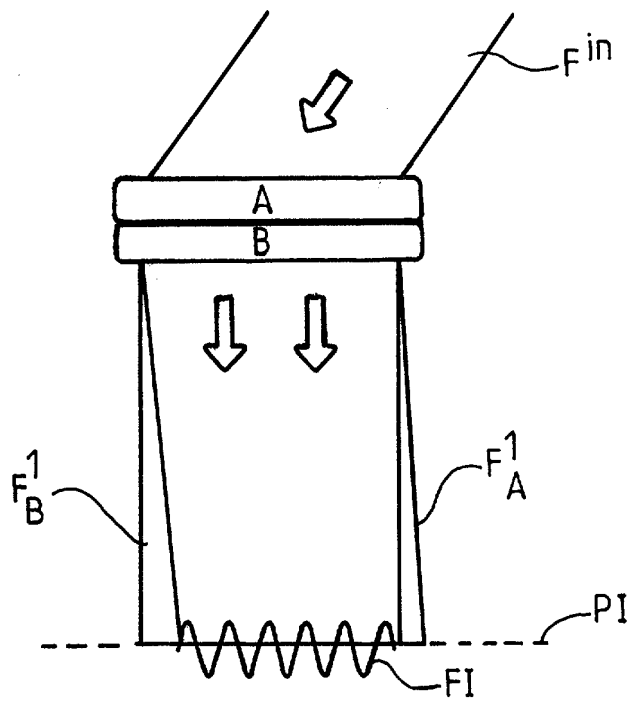
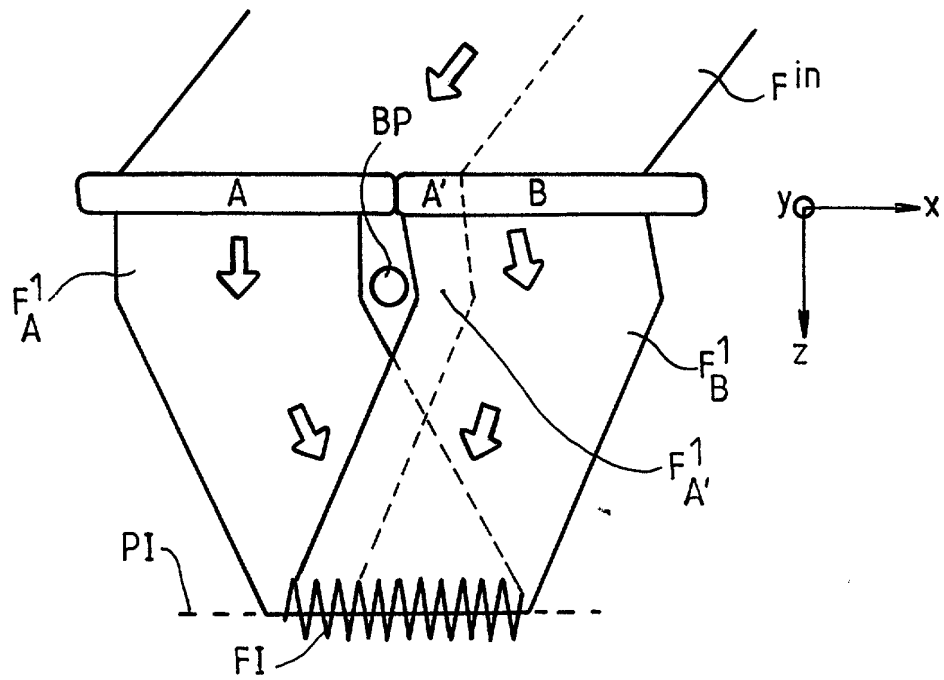
25 18. Système de mesure de déformations à l'échelle nanométrique dans une portion d'un échantillon cristallin par un procédé selon l'une des revendications précédentes, caractérisé en ce que ledit système comporte :

- un support (18) pour un échantillon cristallin en forme de lame à faces sensiblement parallèles ;
- 30 - des moyens d'éclairage (11 ; 12) pour éclairer une face dudit échantillon par un faisceau spatialement cohérent d'un

rayonnement (F^{in}) susceptible d'être diffracté par le réseau cristallin de l'échantillon (A, B) ;

- un montage optique (13, 14, BP, 15, 16) pour superposer un faisceau du rayonnement (F^1_B) diffracté par une première zone de l'échantillon avec un faisceau du même rayonnement diffracté, au même ordre, par une seconde zone (F^1_A), coplanaire avec ladite première zone, de manière à faire interférer ces deux faisceaux diffractés au niveau d'un plan dit plan image (PI) ;
- un moyen (17) pour mesurer la périodicité spatiale des franges de la figure d'interférence qui en résulte ; et
- un moyen (20) de traitement des données pour calculer, à partir de ladite périodicité spatiale, une différence de paramètre cristallin entre lesdites première et seconde zone de l'échantillon, indicative d'un état de déformation à l'échelle nanométrique de l'une de ces zones par rapport à l'autre.

1/2

FIG. 1FIG. 2

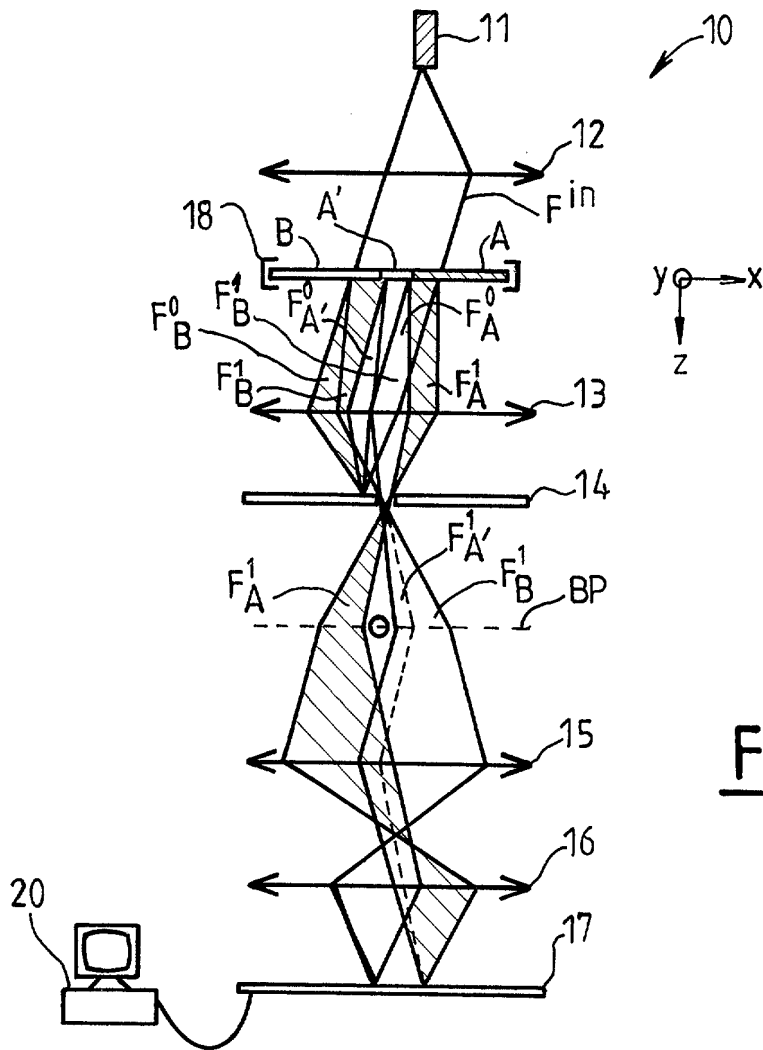


FIG. 3

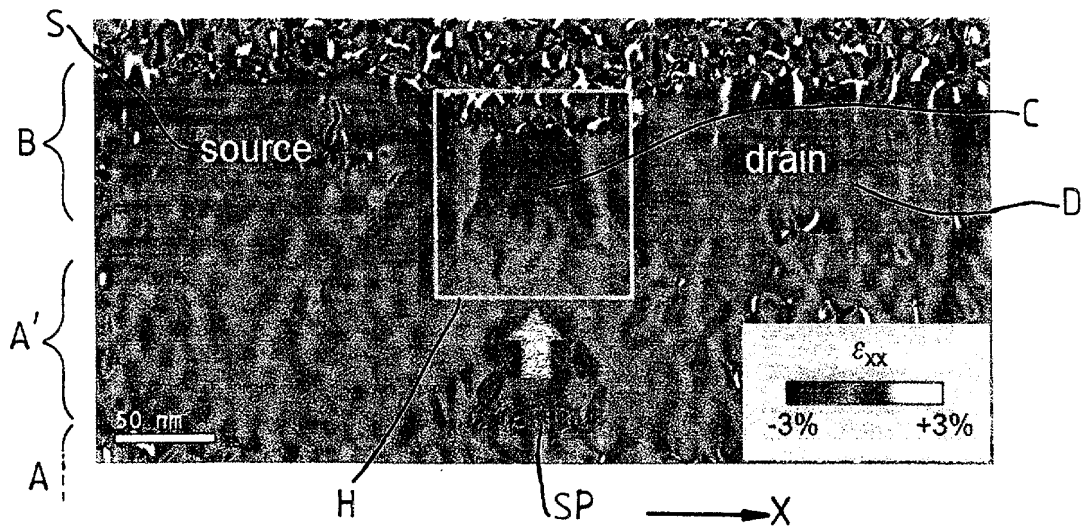


FIG. 4



**RAPPORT DE RECHERCHE
PRÉLIMINAIRE**

N° d'enregistrement
national

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

FA 697890
FR 0706711

DOCUMENTS CONSIDÉRÉS COMME PERTINENTS		Revendication(s) concernée(s)	Classement attribué à l'invention par l'INPI
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes		
A	US 5 828 724 A (KURTZ DAVID S [US]) 27 octobre 1998 (1998-10-27) * le document en entier * -----	1-18	G01B11/16
A	EP 1 508 801 A (OBSCHESTVO S OGRANICHENNOJ OT [RU]) 23 février 2005 (2005-02-23) * alinéas [0027] - [0030]; figures 4,5 * -----	1-18	
A	AUVRAY P ET AL: "CARACTERISATION PAR DIFFRACTION X DES SUPERRESEAUX GAALAS-GAAS. IMPORTANCE DES TECHNIQUES ET DE LA PROCEDURE UTILISEES" REVUE DE PHYSIQUE APPLIQUEE, LES EDITIONS DE PHYSIQUE. PARIS, FR, vol. 24, no. 7, 1 juillet 1989 (1989-07-01), pages 711-720, XP000030268 * le document en entier * -----	1-18	
A	NIKULIN A YU ET AL: "Inversion in x-ray Bragg diffraction: A practical technique to compensate for dynamical scattering features" JOURNAL OF APPLIED PHYSICS, AMERICAN INSTITUTE OF PHYSICS. NEW YORK, US, vol. 82, no. 3, 1 août 1997 (1997-08-01), page 989, XP012043207 ISSN: 0021-8979 * page 989 * -----	1-18	DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHÉS (IPC) G01N G01B H01L
Date d'achèvement de la recherche		Examineur	
5 juin 2008		Dighaye, Jean-Luc	
<p>CATÉGORIE DES DOCUMENTS CITÉS</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire</p>		<p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE PRÉLIMINAIRE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET FRANÇAIS NO. FR 0706711 FA 697890**

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche préliminaire visé ci-dessus.

Les dits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 05-06-2008

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets, ni de l'Administration française

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US 5828724 A	27-10-1998	US 6058160 A	02-05-2000
EP 1508801 A	23-02-2005	RU 2239178 C1	27-10-2004
		US 2005041777 A1	24-02-2005