

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété Intellectuelle

Bureau international



(10) Numéro de publication internationale  
**WO 2009/068763 A4**

(43) Date de la publication internationale  
4 juin 2009 (04.06.2009)

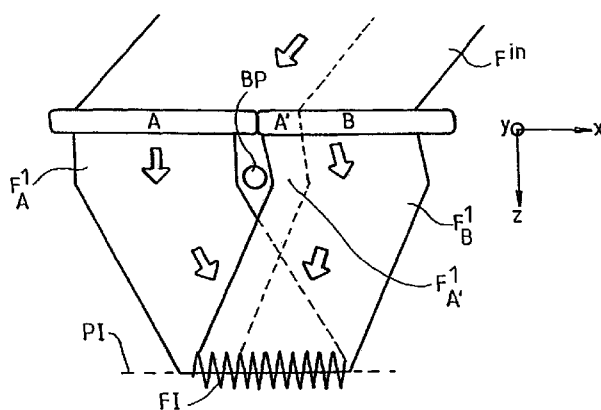
PCT

- (51) Classification internationale des brevets :  
*G01N 23/20* (2006.01) *H01J 37/26* (2006.01) Florian [FR/FR]; 8, rue Dalayrac, F-31000 Toulouse (FR).
- (21) Numéro de la demande internationale : PCT/FR2008/001302 (74) Mandataire : **BOLINCHES, Michel**; CABINET ORES, 36, rue de Saint-Petersbourg, F-75008 Paris (FR).
- (22) Date de dépôt international : 17 septembre 2008 (17.09.2008) (81) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection nationale disponible) : AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (25) Langue de dépôt : français
- (26) Langue de publication : français
- (30) Données relatives à la priorité :  
07 06711 25 septembre 2007 (25.09.2007) FR  
08 01662 26 mars 2008 (26.03.2008) FR  
08 02685 19 mai 2008 (19.05.2008) FR
- (71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) : **CENTRE NATIONAL DE LA RECHERCHE SCIENTIFIQUE** [GT/FR]; 3, rue Michel Ange, F-75016 Paris (FR). (84) États désignés (sauf indication contraire, pour tout titre de protection régionale disponible) : ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), européen (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- (72) Inventeurs; et
- (75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) : **HYTCH, Martin** [GB/FR]; 4, rue des Jacobins, F-31000 Toulouse (FR). **SNOECK, Etienne** [FR/FR]; 112, rue Saint Roch, F-31400 Toulouse (FR). **HOUELLIER, Florent** [FR/FR]; 21, rue Colbert, F-31400 Toulouse (FR). **HUE,**

[Suite sur la page suivante]

(54) Title : METHOD, DEVICE AND SYSTEM FOR MEASURING NANOSCALE DEFORMATIONS

(54) Titre : PROCEDE, DISPOSITIF ET SYSTEME DE MESURE DE DEFORMATIONS A L'ECHELLE NANOMETRIQUE



**FIG. 2**

(57) Abstract : Method of measuring nanoscale deformations in a portion (B) of a crystalline specimen, comprising the following steps: i) a lamella-shaped specimen comprising a measurement zone (B) and a reference zone (A), the latter being assumed to be free of deformations and coplanar with the measurement zone, is prepared; ii) one face of said specimen is illuminated by an electron beam ( $F^{in}$ ); iii) a beam ( $F^1_B$ ) of the radiation diffracted by the measurement zone (B) is superposed on a beam ( $F^1_A$ ) of the radiation diffracted by the reference zone (A) so as to cause these two beams to interfere; iv) the spatial periodicity and the orientation of the fringes of the interference pattern (FI) are measured; and v) a difference in crystal parameter and/or orientation between said reference zone and measurement zone is deduced therefrom, this being indicative of a state of nanoscale deformation of said measurement zone. Device and system for implementing such a method.

(57) Abrégé :

[Suite sur la page suivante]



WO 2009/068763 A4

**Publiée :**

- avec rapport de recherche internationale (Art. 21(3))
- avec revendications modifiées (art. 19.1))

**(88) Date de publication du rapport de recherche internationale :**

23 juillet 2009

**Date de publication des revendications modifiées :**

11 septembre 2009

---

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 ( $F^m$ ) d'électrons; 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. Dispositif et système pour la mise en œuvre d'un tel procédé.

**REVENDICATIONS MODIFIÉES**  
reçues par le Bureau international le 22 juillet 2009

**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 manière à faire interférer ces deux faisceaux diffractés au niveau d'un plan dit plan image (PI) ;

15

  - 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 lesdites zones de référence et de mesure comporte l'utilisation d'un dispositif de déflexion (BP) des faisceaux de type biprisme.
- 25
3. Procédé selon la revendication 2, 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

30

  - 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.
- 35
4. Procédé selon la revendication 3 où, lors de ladite étape de calibrage :

- 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
- 5 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.
5. Procédé selon la revendication 3 où, lors de ladite étape de calibrage :
- 10 vi-a'. on génère un faisceau de rayonnement cohérent ( $F^{in}$ ) sensiblement identique à celui utilisé pour la mesure de déformation cristalline ;
- 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 ;
- 15 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.
6. Procédé selon l'une des revendications 3 à 5, dans lequel l'étape v. de détermination d'une différence de paramètre cristallin entre
- 20 lesdites zones de référence et de mesure comporte :
- 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 ;
- 25 - 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
- 30 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.

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

5 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

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

8. Procédé selon la revendication 7, dans lequel ladite méthode est la méthode d'analyse des phases géométriques.

9. 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.

10. Procédé selon la revendication 9, 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.

11. 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.

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

13. 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 :

35 - un support (18) pour un échantillon cristallin en forme de lame à faces sensiblement parallèles ;

- des moyens d'éclairage (11 ; 12) pour éclairer une face dudit échantillon par un faisceau spatialement cohérent d'un rayonnement ( $F^n$ ) susceptible d'être diffracté par le réseau cristallin de l'échantillon (A, B) ;
  - 5 - 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  
10 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  
15 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.
14. Dispositif pour holographie électronique pour la mise en œuvre d'un procédé selon l'une des revendications 1 à 12, comprenant :
- 20 - au moins un couple de bobines défectrices de faisceau (DF) ;
  - des moyens d'insertion (PE) pour placer un échantillon (E) sur le trajet d'un faisceau électronique (FE) ayant traversé ledit couple de bobines défectrices ;
  - 25 - une première lentille électromagnétique (L1) pour former une image en transmission dudit échantillon ; et
  - un diaphragme (DL1) disposé dans le plan focal image de ladite première lentille et centré sur l'axe optique (AO) de cette dernière, pour intercepter des électrons focalisés par ladite première lentille hors dudit axe  
30 optique ;
- caractérisé en ce que :
- lesdits moyens d'insertion sont adaptés pour permettre le positionnement d'un échantillon (E) à l'extérieur d'une région à fort champ magnétique de ladite première lentille électromagnétique, en amont de cette  
35 dernière par rapport à la direction de propagation dudit faisceau électronique ;
- et en ce que :

- au moins ledit couple de bobines défectrices, ladite première lentille électromagnétique et ledit diaphragme sont reliés entre eux par un élément structural (LO) pour former un ensemble (D) pouvant être introduit dans la colonne d'un microscope électronique, ledit élément  
5 structural étant constitué par un objectif électromagnétique présentant une longueur focale optimale plus courte que celle de ladite première lentille et coaxial avec cette dernière, à l'intérieur duquel sont disposés les bobines défectrices et la première lentille.

15. Dispositif selon la revendication 14, dans lequel la forme  
10 et les dimensions dudit ensemble sont adaptées pour permettre son introduction dans la colonne d'un microscope électronique après enlèvement d'un objectif principal de ce dernier, dans une position telle que les bobines défectrices et la première lentille se trouvent respectivement en amont et en aval de l'emplacement dudit objectif principal par rapport à la direction de  
15 propagation dudit faisceau électronique.

16. Dispositif selon l'une des revendications 14 ou 15 dans lequel ledit ou chaque couple de bobines défectrices du faisceau (DF) et lesdits moyens d'insertion d'un échantillon (PE) sont agencés de manière à permettre le positionnement du point pivot dudit ou de chaque couple de  
20 bobines défectrices en correspondance dudit échantillon, lorsque ce dernier est situé dans un plan eucentrique d'un porte-échantillon.

17. Dispositif selon l'une des revendications 14 à 16 dans lequel la position axiale desdits moyens d'insertion d'un échantillon et la longueur focale optimale de ladite première lentille sont adaptées pour  
25 permettre la formation d'une image dudit échantillon avec un grandissement compris entre 3 et 20, et de préférence entre 5 et 10.

18. Dispositif selon l'une des revendications 14 à 17, dans lequel ladite première lentille est une lentille de Lorentz.

19. Dispositif selon l'une des revendications 14 à 19, comportant également un biprisme (BP), disposé sur l'axe optique (AO) de la première lentille, en aval dudit diaphragme par rapport à la direction de  
30 propagation dudit faisceau électronique.

20. Dispositif selon la revendication 19 comportant également une deuxième lentille électromagnétique (L2), coaxiale avec la première  
35 lentille et disposée en aval dudit biprisme par rapport à la direction de propagation dudit faisceau électronique, ladite deuxième lentille étant adaptée

pour former une image de l'échantillon formée par ladite première lentille électromagnétique.

21. Dispositif selon la revendication 19 comportant également une deuxième lentille électromagnétique (L2), coaxiale avec la première  
5 lentille et disposée en amont dudit biprisme par rapport à la direction de propagation dudit faisceau électronique, ladite deuxième lentille étant adaptée pour former une image de l'échantillon formée par ladite première lentille électromagnétique.

22. Dispositif selon la revendication 21, dans lequel ladite  
10 deuxième lentille est adaptée pour permettre une rotation contrôlée de l'image dudit échantillon autour dudit axe optique.

23. Dispositif selon l'une des revendications 20 à 22 dans lequel ladite deuxième lentille électromagnétique est également adaptée pour former une image du plan focal de ladite première lentille électromagnétique.