

## **Обзор методов измерения механической прочности тонких плёнок**

*Беспалов В.А.<sup>1</sup>, Товарнов Д.А.<sup>\*1</sup>, Дюзев Н.А.<sup>1</sup>, Махиборода М.А.<sup>1</sup>, Гусев Е.Э.<sup>1</sup>, Зольников К.В.<sup>2</sup>*

*1 - НИУ МИЭТ, 2 – ООО «Интеллектуальные микросистемы»*

*\*tovarnov@ckp-miet.ru*

**Аннотация.** В данной обзорной статье рассматриваются методы измерения основных механических свойств тонких пленок: испытание на растяжение, индентирование, оценка запаса механической прочности по кривизне системы пластина-тонкая плёнка, контроль выдуванием за счёт подачи избыточного давления, исследование с использованием деформированного и резонансного кантилевера. В процессе критического анализа отечественных и зарубежных литературных источников выявлены преимущества и недостатки методов, объяснена мотивация авторов для проведения подобных исследований. В дополнении к существующим широко используемым методам приведена оригинальная и относительно новая методика — использование электрического тока в качестве контролируемого средства приложения термомеханических напряжений к электрическим проводникам для характеристики их усталостного поведения. Также указаны подходы для повышения механической прочности тонких плёнок.

**Ключевые слова:** механические свойства, прочность, предел текучести, механические напряжения, модуль Юнга, размер зерна, усталость материала, тонкие плёнки, дефекты, деформация, МЭМС.

## **Overview of methods for measuring the mechanical strength of thin films**

*Bespalov V.A.<sup>1</sup>, Tovarnov D.A.<sup>\*1</sup>, Dyuzhev N.A.<sup>1</sup>, Makhiboroda M.A.<sup>1</sup>, Gusev E.E.<sup>1</sup>, Zolnikov K.V.<sup>2</sup>*

*1 - MIET, 2 - LLC "Intelligent microsystems"*

*\*tovarnov@ckp-miet.ru*

**Annotation.** This review article discusses methods for measuring the main mechanical properties of thin films: tensile testing, indentation, evaluation of the mechanical strength margin for the curvature of the plate-thin film system, bulge

method and research using a deformed and resonant cantilever. In the process of critical analysis of domestic and foreign literary sources, the advantages and disadvantages of the methods were revealed, the authors' motivation for conducting such studies was explained. In addition to the existing widely used methods, an original and relatively new technique is given - the use of electric current as a controlled means of applying thermomechanical stresses to electrical conductors to characterize their fatigue behavior. Approaches for increasing the mechanical strength of thin films are also indicated.

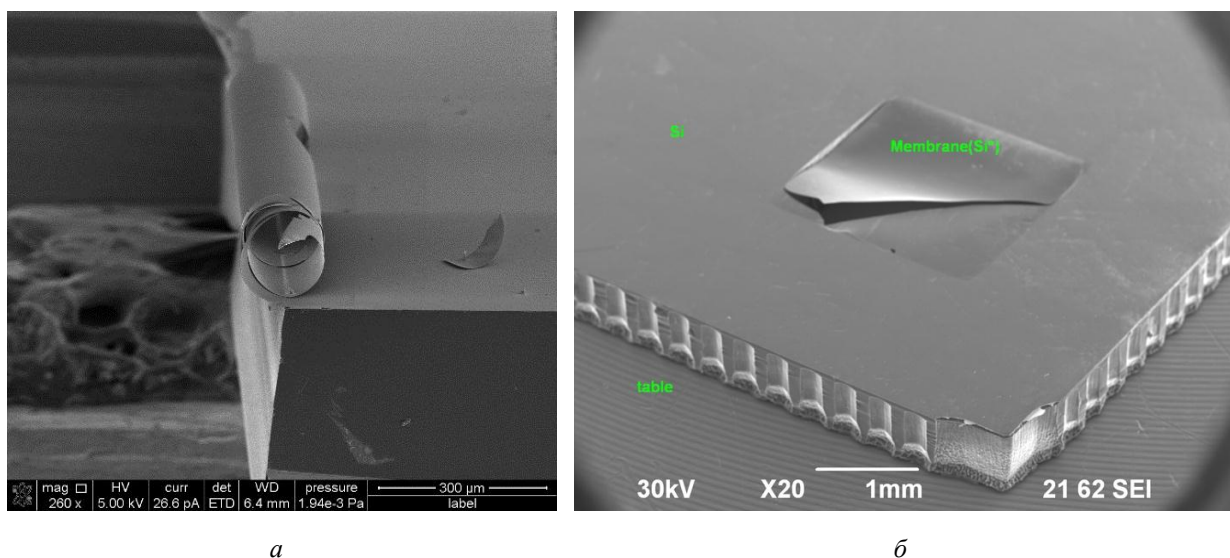
**Key words:** mechanical properties, strength, yield strength, mechanical stresses, Young's modulus, grain size, material fatigue, thin films, defects, deformation, MEMS.

**Введение.** С давних времен до середины двадцатого века исследование механических свойств развивалось исключительно в макромасштабном направлении. Размеры образцов составляли порядка нескольких сантиметров, а в некоторых случаях даже метров. Данная тенденция объяснялась совпадением с размерами анализируемых и проектируемых конструкций, таких как мосты, трубопроводы, сосуды под давлением, самолеты и их двигатели, ракеты и так далее. Понимание того, что крупные конструкции создают механические ограничения, которые способствуют хрупкому разрушению, стало широко распространенным только после многих трагических происшествий. В результате, стали уделять большее внимание размерным эффектам, начали проводить испытания больших пластин различных материалов; были разработаны различные методики для проверки условий, при которых небольшая трещина или неоднородность, такая как сварной шов поведет себя на большом элементе конструкции. Необходимость контролировать хрупкое разрушение привела к первой серьезной попытке понять размерные эффекты в механическом поведении, в частности, к развитию механики структурного разрушения в середине двадцатого века.

Мотивацией для проведения механических испытаний материалов в микрообъеме стало появление тонкопленочной технологии для микроэлектроники и связанной с ней технологии микро электромеханических систем (далее – МЭМС), где фотолитография используется для создания структур, обеспечивающих механическую функциональность с критическими размерами измеряемых в микрометрах, а порой и в нанометрах. Аналитические инструменты из мира макроисследований были адаптированы для проектирования с учетом неожиданно высоких нагрузок, возникающих в интегральных схемах. Природа механических напряжений многогранна. Ключевым источником напряжений является разница в скорости теплового расширения между различными материалами, которые соединены вместе тонкими слоями для производства интегральных схем, в сочетании с резкими колебаниями температуры, наблюдаемыми в этих структурах как при производстве, так и при использовании. Но одного численного анализа было недостаточно. Результаты численного анализа зависят от используемых данных о свойствах материала, а тонкопленочные материалы имеют свойства, сильно отличающиеся от свойств тех же материалов в объемной форме. Эти различия в свойствах являются естественным следствием очень разных микроструктур тонкопленочных и объемных материалов. Отличие в микроструктуре вызваны использованием новых методов производства, используемых для тонкопленочных материалов, например, физического осаждения из газовой фазы для тонких пленок в отличие от прокатки и отжига для объемных материалов. В то время как измерения основных механических свойств, таких как модуль упругости, предел текучести и предел прочности, материалов с толщинами около 1 мкм хорошо известны и широко применяются, механика исследования прочностных характеристик не так давно обзавелась методами, которые сильно отличаются от применяемых в макромасштабе.

Используются отличные и несвойственные для макромасштаба методы получения тонких пленок. Появляются и особые виды дефектов, так

возникающее отслоение тонких пленок от подложек, например отслоение алюминиевой пленки от кремниевой пластины (рис. 1а), является критической проблемой для интегральных схем и других тонкопленочных структур. Этот тип дефекта имеет относительно небольшое значение в макроструктурах, которые редко используют связи между большими плоскими листами в качестве критических структурных элементов. Было предпринято множество попыток проверить адгезию между пленкой и подложкой, но в настоящее время признано, что прочность поверхности раздела может быть наиболее точно и полезно описана в терминах механики разрушения, в частности, энергии на единицу площади поверхности между пленкой и подложкой и величину сингулярности напряжения в критических местах.



**Рис. 1** *а* - изображение отслаивания алюминиевой тонкой плёнки от кремниевого основания  
*б* – разрыв тонкопленочной структуры, вызванный недостаточной прочностью материала [1]

Проверка на отслоения, например, с помощью ультразвука, применялась к более крупным элементам интегральных схем. Критерии приемлемости определяются скорее качеством соединения, чем критическими размерами трещин; такие критерии «качества» напоминают более раннюю практику сварки макроструктур. Разрабатываются методы более точного контроля качества, вплоть до использования атомно-силовой микроскопии, для детектирования и понимания причин расслоения, например, посредством

измерения шероховатости поверхности. Однако полная проверка каждого соединения никогда не будет применяться к таким сложным структурам, как современные интегральные схемы. Структуры слишком комплексны, многочисленны и дешевы, чтобы проводить подобные дорогостоящие операции.

МЭМС является относительно молодой, быстро развивающейся, но в то же время малоисследованной областью по сравнению с ИС, а анализ возникновения отказов и брака ещё менее изученная сфера, чем само проектирование и изготовление МЭМС устройств [2]. МЭМС обычно используются в качестве исполнительных механизмов, датчиков и радиочастотных и микрофлюидных компонентов, а также биоконструкций, с широким спектром применения в области здравоохранения, автомобилестроения и военной промышленности.

Немаловажным фактором развития отрасли является и материальная составляющая. Конечно, известны случаи использования дорогостоящих компонентов, например, как арсенид галлиевые подложки для СВЧ комплектующих ввиду существенного улучшения параметров ИС. Согласно отчету [3] исследовательской и консалтинговой компании Allied Market Research, предоставляющей бизнес-аналитику и отчеты по маркетинговым исследованиям для крупных, а также малых и средних предприятий, по состоянию на 2018 год глобальный рынок МЭМС сенсоров был оценен в 25,7 млн долларов, и, согласно прогнозам, к 2026 году он достигнет 60,6 млн долларов. Это в первую очередь связывают с возрастающей необходимостью в миниатюризации компонентов в различных электронных устройствах, таких как смартфоны, носимые устройства, медицинские инструменты и других девайсов. Именно это стимулирует рост рынка МЭМС сенсоров. Спрос на эти устройства постоянно растет с уменьшением цены производства и увеличением выгоды от МЭМС устройств, таких как низкая стоимость, меньшее потребление пространства, энергии и высокая точность. Более того, эти устройства достаточно малы, чтобы их можно было припаять

непосредственно на печатные платы, что снижает стоимость технологии. Также согласно анализу рынка сенсоров, такие факторы, как рост спроса на беспроводные сенсоры в бытовой электронике, новые тенденции сенсоров в автомобильной промышленности и рост популярности интернета вещей (IoT), способствуют росту доли рынка МЭМС сенсоров в мире. Однако высокая стоимость исследований сдерживает рост рынка. Кроме того, ожидается, что появляющиеся тенденции к автономным транспортным средствам и увеличение использования датчика в биомедицинском секторе предложат выгодные возможности для расширения рынка датчиков. Ожидается, что к 2050 году оборот рынка всех МЭМС компонентов вырастет до более чем 30 миллиардов долларов [3]. Поэтому, нет никаких сомнений в перспективах и целесообразности проведения исследований в данном направлении. Кроме того, многие из существующих инноваций не использовали в полной мере свой потенциал вплоть до появления на рынке принципиально новых разработок. Согласно последним прогнозам In-Stat/MDR, рынок МЭМС растет на 13,2% каждый год. Эту отрасль ИТ-индустрии в Японии называют микромашинами (Micromachines), а в Европе - микросистемными технологиями (Micro System Technology). По мнению аналитиков из Gartner, микроэлектромеханические системы позволят с минимальными затратами повысить чувствительность и механическую отдачу устройств на уровне кристаллов. МЭМС – это технологии и устройства, объединяющие в себе микроэлектронные и микромеханические компоненты. Подобные устройства обычно изготавливают на кремниевой подложке с помощью технологии микрообработки, аналогично технологии изготовления однокристалльных интегральных микросхем. Типичные размеры микромеханических элементов лежат в диапазоне от 1 микрометра до 100 микрометров, тогда как размеры кристалла МЭМС микросхемы имеют размеры от 20 микрометров до одного миллиметра. МЭМС используются как датчики, актюаторы, переключатели, игровые контроллеры, отражатели света, в автомобилестроении,

аэрокосмических технологиях, биомедицине, лазерных принтерах, беспроводных и оптических коммуникациях.

Общие направления развития и производства МЭМС устройств можно разделить на шесть категорий: сенсоры, актюаторы, RF МЭМС, оптические МЭМС, микрофлюидные МЭМС, био МЭМС.

Подобные устройства находят широкий спектр всевозможных применений, например, в работе [4] авторы используют МЭМС для наномеханических испытаний с высокой скоростью деформации, в работе [5] авторы спроектировали МЭМС резонатор типа бабочка с использованием синхронизирующего луча, а в работе [6], авторы исследует технологию пассивного охлаждения с использованием микроэлектромеханических систем для локализованного управления тепловыми электронными устройствами. Изготовление систем описанных ранее невозможно без исследования механических свойств материалов используемых при конструировании МЭМС устройств, знание которых необходимо для обеспечения требуемых характеристик, надежности и минимизации процента брака. Интересующие нас механические свойства подразделяются на следующие категории: прочностные, упругие и неупругие. При изучении свойств материала полученные данные не должны зависеть от размера и метода образца, однако, при переходе на микроуровень при производстве МЭМС устройств, размер образца с высокой долей вероятности повлияет на результаты измерений. Именно поэтому необходима методология и налаженный процесс для определения механических характеристик микро размерных образцов с высокой чувствительностью и воспроизводимостью измерений, которая бы обеспечивала получение корректных значений механических свойств.

Методы получения тонких пленок можно условно разделить на две категории: химические и физические. К химическим относятся метод осаждения из газовой фазы и золь-гель метод. Физические методы основаны на распылении материала мишени, представляющей собой смесь оксидов или сложное оксидное соединение. К ним относятся магнетронное, ионное,

электронное распыления и лазерная абляция. Каждая технология изготовления имеет свои достоинства и недостатки. Однако независимо от метода, процесс изготовления должен быть экономичен, и полученная в результате тонкая пленка должна обладать следующими характеристиками: высокой степенью структурного совершенства, хорошими электрофизическими свойствами, хорошей однородностью толщины, отсутствием примесей, контролируемой стехиометрией.

Казалось бы, в преобладающих случаях на первый план ошибочно выносятся электрические свойства тонкопленочных материалов, но не стоит забывать, что их механические характеристики также имеют огромную роль, поскольку в процессе нанесения и эксплуатации в пленках могут развиваться сильные внутренние напряжения, последующая релаксация которых может приводить к их деформации и разрушению. Существует достаточно большое количество методов измерений механической прочности материалов, что касается микроструктур, а конкретнее тонкопленочных элементов, которые широко используются в производстве интегральных схем, магнитных, оптических устройств, микросенсоров и т.д., не все существующие методы подходят для этой задачи. В общем случае можно подразделить методы измерения по наличию контакта с образцом, точности, количество измеряемых параметров, время проведения измерения, количество одновременно измеряемых образцов, затраты при проведении исследования, квалификация оператора и т.д.

Далее будут проанализированы некоторые из них, и на основе ряда характеристик будет приведены их преимущества и недостатки.

**1. Метод испытания на растяжение.** Испытание на растяжение является стандартным методом получения основных механических свойств материалов в макрообъеме. Принцип действия заключается в растяжении образца с построением графика зависимости удлинения образца от прилагаемой нагрузки, с последующим перестроением этой диаграммы в диаграмму условных напряжений [7]. Данный метод используется для определения



следующих характеристик: предела пропорциональности, модуля упругости, предела текучести физического, предела текучести условного, временного сопротивления, относительного равномерного удлинения, относительного удлинения после разрыва, относительного сужения поперечного сечения после разрыва. Поскольку поле напряжений однородно по всему расчетному сечению, модуль Юнга, предел текучести и предел прочности при растяжении могут быть получены из диаграммы растяжения получаемой при испытании проводимое с помощью разрывных машин с механическим или гидравлическим приводом. Поэтому было логично применить этот проверенный временем метод к тонким пленкам. В ранних попытках вытягивания тонких пленок на обычных испытательных машинах использовались образцы, снятые с подложки. Эта операция зависела от специальных разделительных слоев под пленкой образца, таких как водорастворимый хлорид натрия. Чрезмерное сморщивание часто происходило при размещении образца на захватах стенда. Несмотря на возникающие препятствия, совершенствуя методику, постепенно были получены значимые данные. Ранние испытания металлических пленок выявили основные явления, наблюдаемые до сих пор: высокая прочность и низкое удлинение до разрыва [8]. В настоящее время не существует стандартного общепринятого метода испытаний тонких пленок на микрорастяжения. Отдельные исследователи адаптируют стандартные методы для массивных металлических образцов, чтобы они соответствовали их конкретной геометрии образца. Стандартизация затруднена из-за множества используемых размеров и конструкций образцов, что является результатом сложности изготовления микрорастяжимых образцов.

Возникающие проблемы с ранними методиками привели к следующим выводам, стало очевидным, что, поскольку пленки в реальных устройствах всегда производятся на подложках, использование подложки для поддержки образца тонкой пленки целесообразно. Но подложка всегда значительно массивнее пленки, поэтому ее необходимо удалять хотя бы из-под рабочей

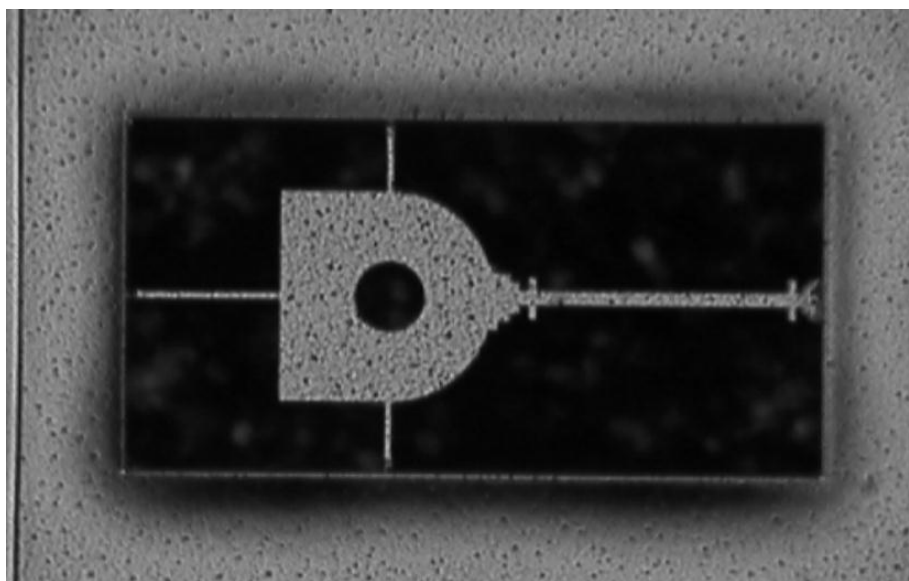
части образца. В работе [9] сообщается об использовании конструкции кремниевой рамки для тестирования легированного кремния.

Для изготовления исследуемого образца на растяжение производилась операция фотолитографии для формирования прямой и относительно узкой измерительной секции с широкими участками захвата по краям. Подложка под измерительной секцией была удалена посредством операции травления. Кремниевый каркас, несущий образец тонкой пленки, устанавливался на специально изготовленном испытательном устройстве. Кремниевый каркас разрезали, оставляя образец неповрежденным. Этот этап выполняется вручную с использованием стоматологической бормашины, временного зажима для удержания образца на месте и отрезного круга, установленного на подвижном столике. Все методы испытаний на растяжение включают измерения силы и смещения. Сила измеряется с помощью тензодатчика. Для образцов тонких пленок с площадями поперечного сечения порядка  $200 \text{ мкм}^2$  усилие может достигать  $0,1 \text{ Н}$ . Смещение было измерено с помощью интерферометрических методов, таких как электронная спекл-интерферометрия (ESPI), например, как в [7], или путем дифракции от маркеров, размещенных на поверхности образца.

На рис. 2 [10] представлено исследование, в котором ширина образца составляет около  $10 \text{ мкм}$ , расчетная длина — около  $200 \text{ мкм}$ , а толщина составляет около  $1 \text{ мкм}$ . Используется концепция поверхностной микрообработки; подложка удаляется на глубину около  $100 \text{ мкм}$  под образцом с помощью дифторида ксенона. Этот травитель менее опасен, чем гидразин, и очень селективен к кремнию, замаскированному  $\text{SiO}_2$ , алюминием, медью и т. д. На подобных образцах обычно можно вычислить модуль Юнга, а коэффициент Пуассона измеряли только специальными методами на относительно больших образцах [11] потому что поперечные смещения крайне малы на образцах шириной в несколько микрометров. В ранней версии этого испытания образец нагружали путем зацепления наконечника вольфрамового зонда диаметром  $50 \text{ мкм}$  с отверстием в нагрузочном язычке

(Рис. 3). Новый подход к микрообработке поверхности — это испытание мембраны на растяжение при изгибе применительно к ряду гранецентрированных кубических (ГЦК) металлов (Рис. 4) [12]. Новым достижением является совместное изготовление образца и защитной рамки, включающей датчик силы, показанный на рис. 5. Подобные образцы исследуют с помощью просвечивающего электронного микроскопа (ПЭМ).

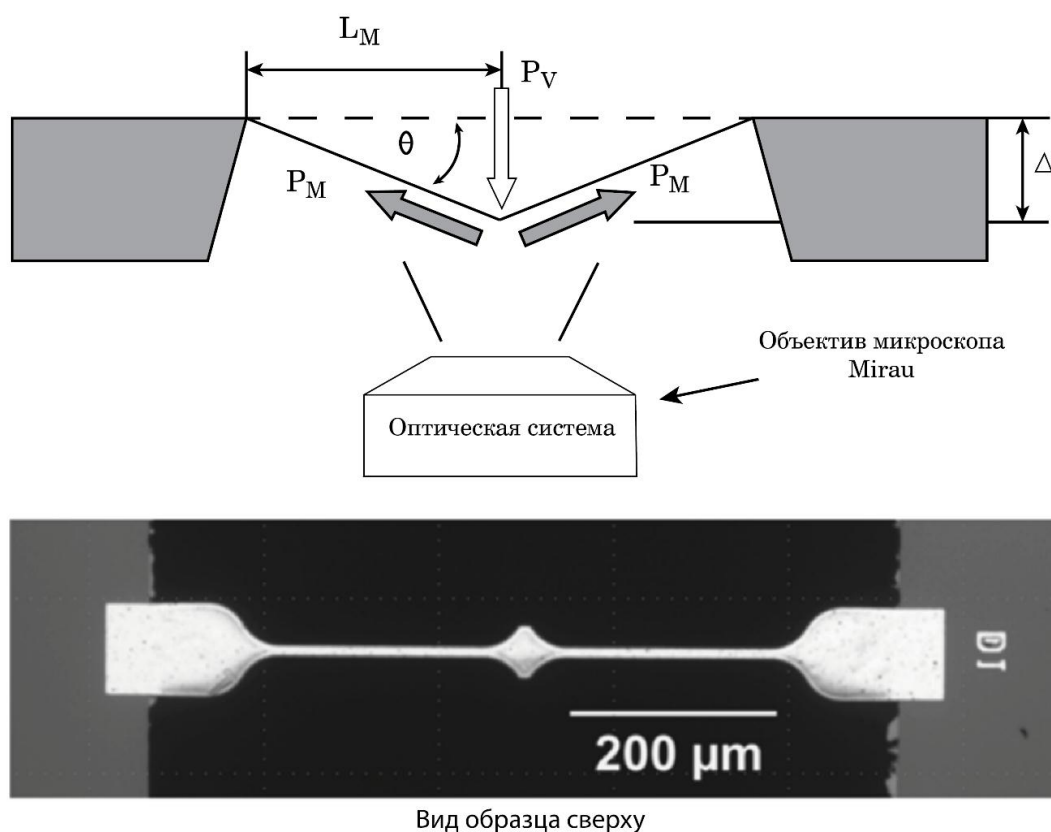
Недавний опрос между несколькими ведущими лабораториями показал приемлемое отклонение полученных результатов в отношении прочности поликремния (поликристаллического кремния), при этом большинство лабораторий использовало собственную уникальную геометрия образцов. Различные геометрические формы были изготовлены на одном и том же МЭМС-чипе [13]. Значения прочности, полученные для поликремния, были впечатляюще высокими, порядка  $1/30$  модуля Юнга поликристалла, что является обычной оценкой теоретической прочности твердого тела.



**Рис. 2.** Образец из алюминия, изготовленный методом MOSIS для исследования на микрорастяжения. Загрузочный язычок с отверстием диаметром 50 мкм находится слева. Секция датчика с «ушками» для использования в цифровой корреляции изображений для измерения смещения находится справа. Кремниевая подложка вытравлена на глубину более 60 мкм. Три тонкие алюминиевые линии, соединяющие поле с загрузочным язычком, представляют собой тросы, которые обрезаются вручную непосредственно перед испытанием. [10]

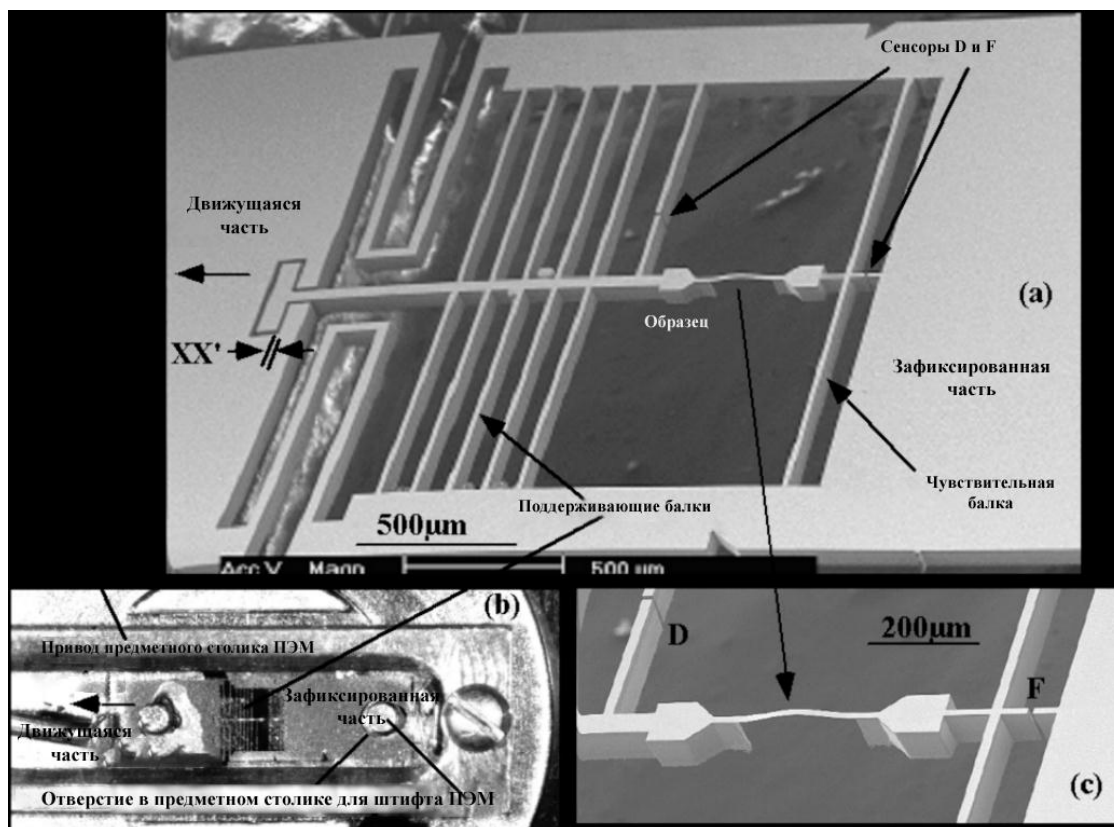


**Рис. 3.** Вольфрамовый «Крючок», перемещаемый микроманипулятором для нагрузки растягиваемого образца и измерения силы.



Вид образца сверху

**Рис. 4.** Установка для испытания мембраны растяжение на изгибе. [12]

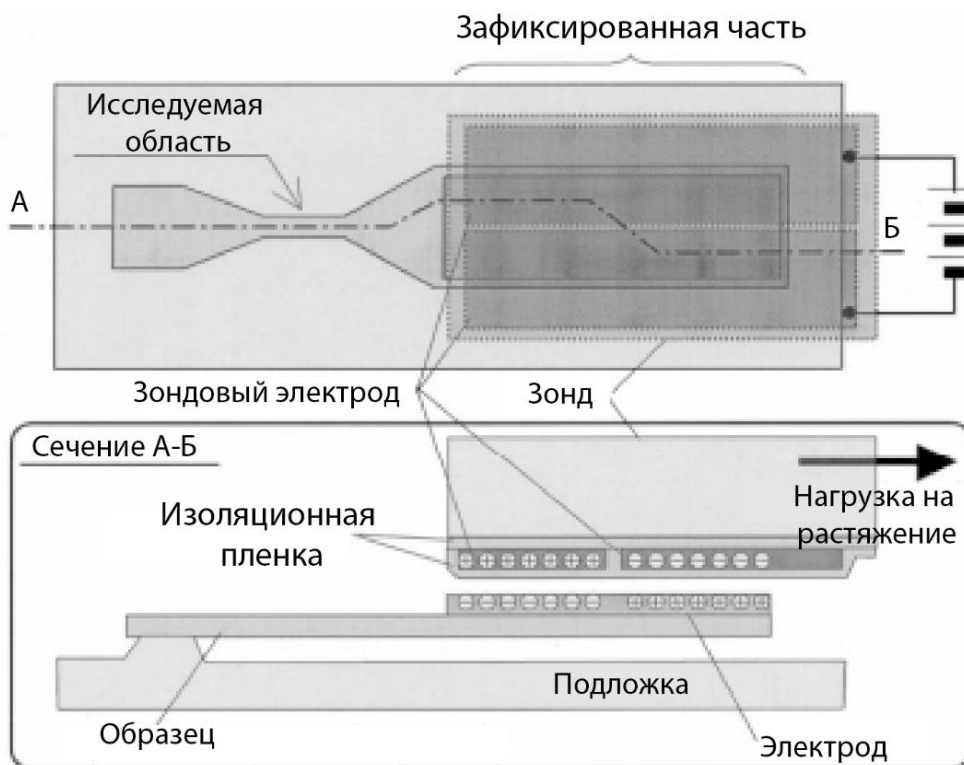


**Рис 5.** Сборка образца для растяжения, включающая алюминиевый образец для растяжения, опорную сборку МЭМС и датчик силы для использования в ПЭМ. [13]

Испытание на растяжение определяет набор свойств материала при определенной температуре и определенной скорости деформации. Распределение материала при натяжении определяет модуль Юнга материала: степень растяжения материала при определенной величине приложенного напряжения. По мере вытягивания материала отклик становится нелинейным (в металлах и пластмассах), и определяется предел текучести материала. По мере продолжения испытания материал в конечном итоге разрушается при так называемой предельной прочности на растяжение. Но недостатков у данного метода много: нет информации о материале при разных температурах; нет возможности определения прочности материала при различных скоростях деформации; нет идентификации возможной асимметрии в прочности материала; нет данных о прочности материала в различных средах; нет данных об изменениях прочности материала в результате процесса формования материала (литье будет иметь другие свойства, чемковка или спеченная

металлическая деталь); тест в основном предназначен для пластичных материалов; разрушение образца.

Для исследования структур в микрообъеме требуется модифицированные методы, так, в работе [14] используется система электростатического захвата. Ее суть заключается в том, что электростатическая сила достаточно сильна, чтобы зафиксировать тонкую пленку, но не настолько, чтобы повредить образец. Управляя приложенным напряжением для создания электростатической силы, можно проводить испытание нескольких образцов одновременно. Из-за этого исследование непроводящих материалов невозможно в силу того, что электростатическая сила генерируется приложенным напряжением между зондом и проводящим образцом. При проведении исследования, данная система была модифицирована, электростатическая сила генерируется путем подачи напряжения между этими электродами на зонд, тем самым облегчает испытания на растяжение тонкой пленки, потому что испытание на растяжение можно проводить без подключения образца к источнику питания для подачи напряжения.



**Рис. 6.** Схема системы электростатического захвата для исследования механических характеристик непроводящих пленок

**2. Метод индентирования.** Метод индентирования аналогичен обычному испытанию на твердость, но выполняется в гораздо меньших масштабах с использованием специального оборудования – наноиндентора [15]. Приводной механизм может быть основан либо на электромагнитном, либо на электростатическом приложении силы. Модуль упругости и твердость — это два параметра, которые можно легко извлечь из кривой нагрузки-перемещения при наноиндентировании (рис. 7). Поскольку разрешение по глубине составляет порядка ангстрема, можно эффективно вдавливать даже очень тонкие (~100 нм) пленки. Кривая нагрузки-перемещения при наноиндентировании, аналогичная показанной на рис. 8, обеспечивает «механический отпечаток» реакции материала на контактную деформацию. Измерения упругих свойств с помощью наноиндентирования были первоначально предложены в работах Лубе и др. [16], позже Доернер и Никс [17] предположили, что для определения жесткости пленки можно использовать линейную аппроксимацию верхней 1/3 разгрузочной части кривой вдавливания,  $S = dP/dh$ , из которого приведенный модуль упругости  $E_r$  можно вычислить как:

$$E_r = S \frac{\sqrt{\pi}}{2\sqrt{A}} \quad (1)$$

где  $A$  — площадь контакта, а приведенный модуль упругости — совокупное упругое свойство пленки и материала индентора. Поскольку сам материал индентора имеет конечные упругие константы, его деформация вносит вклад в измеряемое смещение. Приведенный модуль  $E_r$  равен:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} + \frac{1 - \nu_f^2}{E_f} \quad (2)$$

В этом уравнении  $E$  — модуль упругости,  $\nu$  — коэффициент Пуассона, а нижние индексы  $f$  и  $i$  относятся к материалам пленки и индентора соответственно. В своей работе Оливер и Фарр [18] предложили более сложный степенной закон, соответствующий разгрузочной части кривой нагрузки-перемещения, и широко известен как метод Оливера и Фарра.



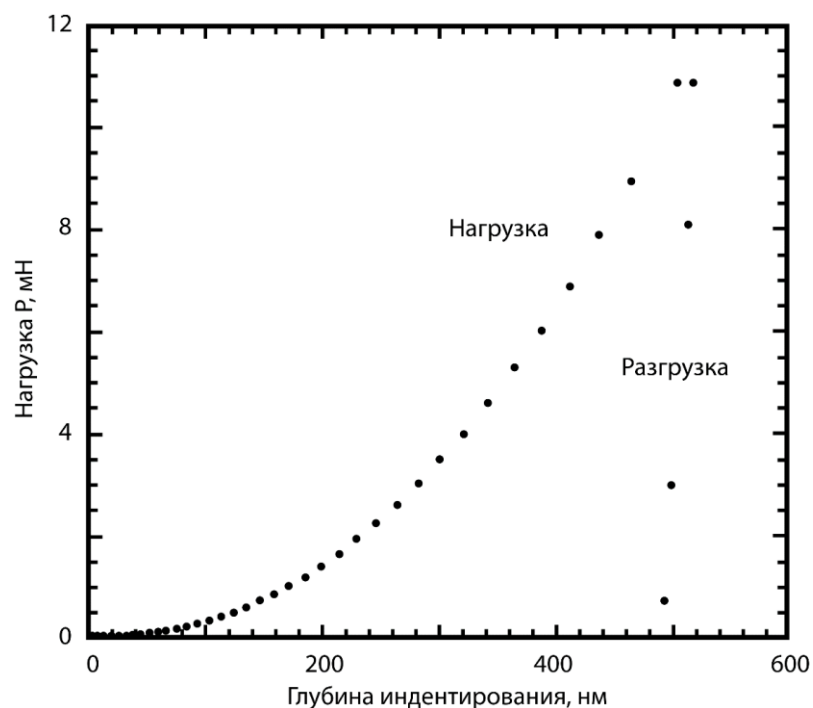
Рис. 7. Схема измерений индентором. [18]

Твердость  $H$ , сопротивление материала пластической деформации, определяется как:

$$H = \frac{P_{max}}{A} \quad (3)$$

где  $A$  — проектируемая площадь контакта (функция глубины вдавливания) при максимальной нагрузке  $P_{max}$ .





**Рис. 8.** График нагрузки-перемещения в исследовании на индентирование. [15]

Выражения как для модуля упругости, так и для твердости содержат площадь контакта, которая коррелирует с глубиной индентирования как теоретически, через известную геометрию индентора, так и экспериментально, путем индентирования материала с известным модулем упругости. Эта процедура калибровки наконечника состоит из вдавливания стандартного материала (часто плавленого кварца или монокристалла алюминия) до различной максимальной глубины. Поскольку площадь контакта определяется калибровкой наконечника, можно использовать различные геометрии наконечника, наиболее распространенной из которых является геометрия трехсторонней пирамиды Берковича. Пирамида всегда заканчивается острием, а радиус вершины может достигать 10 – 50 нм. Также используются другие геометрические формы, в том числе инденторы Виккерса (стандартизированная квадратная пирамида), кубический угол, конические и клиновидные инденторы. Наклон разгрузки,  $dP/dh$  связан с геометрией наконечника как:

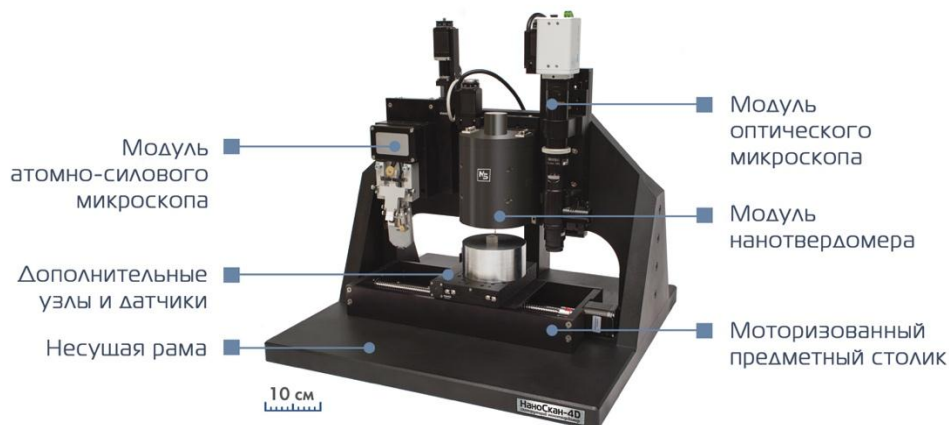
$$\frac{dP}{dh} = 2\beta \sqrt{\frac{A}{\pi}} E_r \quad (4)$$

где  $h$  — глубина вдавливания, а  $\beta$  — константа, близкая к единице, для данной геометрии наконечника. Кинг и др. рассчитали значения  $\beta$  для различных геометрий наконечника с использованием анализа методом конечных элементов [19]. Следует отметить, что калибровка наконечника не учитывает ни пластичное наслоение, ни вдавливание как поверочного материала, так и материала образца, что приводит к неточностям в глубине вдавливания и определении площади. Кроме того, контакт с вдавливанием влияет на общую податливость испытания, т.е. на обратную жесткость. Следует также учитывать соответствие поверочному образцу  $C_f$ , поскольку оно позволяет скорректировать точность исследования:

$$C_{\text{общ}} = C_f + \frac{\sqrt{\pi}}{E \cdot 2\sqrt{A}} \quad (5)$$

Во избежание влияния подложки на измеряемые механические свойства следует производить процесс индентирования (вдавливания) только до определенного процента ее толщины (до 10–20 %). Существует также влияние остаточного напряжения и эффектов подложки, которые трудно учесть в анализе [20,21]. Анализ кривой вдавливания был расширен за последние несколько лет благодаря разработке новых моделей, основанных на конечных элементах [22,23]. Подробный обзор метода, применяемого для магнитных накопителей и МЭМС-материалов, был представлен в работе Ли и Бхушаном [24]. Резюмируя, метод индентирования является достаточно точным, теоретически и экспериментально подтвержденным стандартизированным методом определения физико-механических свойств микро- и нанометрового уровня для материалов с тонкой структурой, локальным градиентом свойств, материалов в состоянии интенсивной пластической деформации или после

термического воздействия, а также, сверхтвердых, сверххрупких и сверхэластичных материалов, механические свойства которых невозможно определить иными способами [25].



**Рис. 9.** Изображение полнофункциональной измерительной системы «НаноСкан-4D», реализующей все возможные методы исследования физико-механических свойств на субмикронных и нанометровых масштабах линейных размеров.

Индентирование производится вдавливанием в изучаемый образец индентора, обладающего известными механическими свойствами — формой, модулем упругости и т.д., с заданным усилием. Далее либо исследуется форма и размер пятна контакта, либо строится кривая зависимости положения индентора от нагрузки. В первом случае требуется более простое оборудование, во втором удастся получить больше информации о материале. При переходе к наномасштабам для изучения пятна контакта не обязательно требуется атомный силовой микроскоп либо сканирующий электронный микроскоп, возможна реализация индентирования на приборах использующих классические инденторы, но с высоким качеством исполнения (малым радиусом закругления) благодаря этому наноиндентирование практически всегда проводится со снятием кривой нагрузка/внедрение. Индентирование с целью измерения твёрдости образца обычно проводится одним из стандартизированных способов и с помощью стандартизированных инденторов. Наиболее распространенными методами определения твердости материалов являются метод Викерса, метод Бринелля или метод Роквелла.

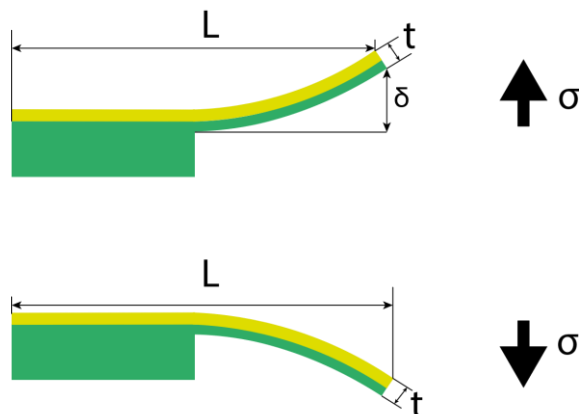
Для определения модуля упругости методом индентирования требуется построить диаграмму нагрузка/внедрение. Наклон этой диаграммы при разгрузке, то есть снижении действующей силы до нуля, определяется модулем упругости материала. Однако, в связи с ростом влияния поверхностных эффектов в наномасштабах полностью учесть влияние пластической зоны у кончика индентора и сил адгезии на текущий момент невозможно. Использование специальных приборов наноиндентирования позволяет получить качественную кривую «нагрузка-разгрузка» благодаря высокой прочности индентора и системы его крепления, а также отсутствию эффектов, сопряженных с прогибом кантилевера, как в случае АСМ или СЗМ. Определение пластических и реологических свойств материала при индентировании требует не только фиксации кривой нагрузка/внедрение, но и измерения зависимости этих параметров от времени. Оборудование для наноиндентирования требует высочайшей точности изготовления и настройки [26,27,28]. Одним из перспективных направлений развития данной методологии изучения ресурсных возможностей и служебных характеристик конструкционных материалов является локализация исследуемых объемов материала до масштабов микро- и нанометрового уровня. Получаемые при этом физико-механические свойства существенно отличаются от свойств, проявляющихся в макроскопических масштабах. Обычные методы, которые используются для определения свойств материалов в макрообъемах, не пригодны для изучения структур порядка с размерами менее 1 мкм. Методология определения механических свойств прецизионными средствами разрабатывается в рамках перспективного научного направления, которое можно назвать механикой нанотестирования [25]. В работе [29], как раз применяется метод наноиндентирования для выявления размерных эффектов твердости и скорости деформации в аморфном кремнии, результаты данной работы имеют огромную важность для МЭМС и НЭМС индустрии, поскольку результат измерений механических свойств кремния, полученного с помощью метода PECVD, показал значительные различия по сравнению с результатами,

полученными для бездефектного аморфного кремния, полученного методом ионной имплантации, также в ней описывается влияние отжига на механическую прочность, и зарегистрированы аномальные результаты, в корне отличающиеся от предполагаемых. Это еще раз свидетельствует о сложности и комплексности природы материалов на микроуровне. В книге [14], в которой представлен ряд характеристик материалов, имеющих алмазную кубическую структуру полученных методом индентирования также уделяется особое внимание размерным эффектам. Что касается, проведения испытаний, то метод Виккерса можно использовать с любыми материалами и образцами для испытаний, от мягких до твердых, поскольку процедура охватывает весь диапазон твердости. Существует только один тип индентора, который можно использовать для всех методов Виккерса. Возможно проведение теста без разрушения образца. Метод Виккерса имеет следующие недостатки: Качество поверхности образца должно быть хорошим, потому что отступ измеряется оптически. Это означает, что тестовое место должно быть подготовлено (отшлифовано и отполировано), в противном случае, будет сложно получить точные данные. Процесс довольно медленный. Цикл испытания занимает от 30 до 60 секунд, не считая времени, необходимого для подготовки образца. В связи с необходимостью проведения оптической оценки отступов твердомеры Виккерса должны быть оснащены оптической системой, что делает их достаточно дорогими.

**3. Оценка запаса механической прочности по кривизне системы пластина-тонкая плёнка.** Основной принцип, лежащий в методе кривизны пластины, заключается в том, что дифференциальное тепловое расширение между пленкой образца и кремниевой подложкой приводит к измеримой кривизне подложки (пластины). Кривизна напрямую связана с произведением напряжения на толщину пленки с помощью уравнения Стоуни (6) [30,31]:

$$\delta = \frac{3\sigma(1 - \nu)}{E} \left(\frac{L}{t}\right)^2 \quad (6)$$

где  $\nu$  — коэффициент Пуассона,  $E$  — модуль Юнга,  $L$  — длина толноплёночной балки,  $t$  — толщина толноплёночной балки,  $\delta$  — отклонение толноплёночной балки,  $\sigma$  — приложенные механические напряжения толноплёночной балки.



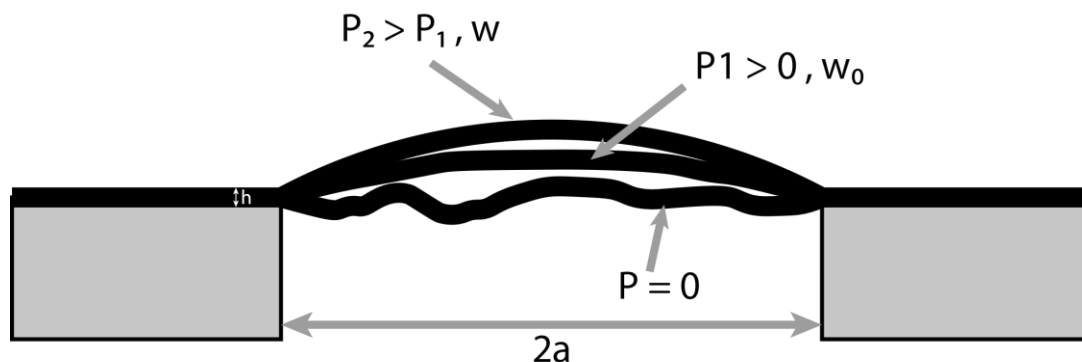
**Рис. 10.1** Схематичное отображение схемы проведения исследования

Отклонение балки регистрируется чувствительными оптическими и емкостными датчиками. Это явление используется при оценке и корректировке процедур осаждения пленки для измерения остаточного напряжения в осажденных пленках. Высокие значения остаточных напряжений, особенно растяжения, могут сделать пленку менее стойкой к отслоению от подложки. В работе [32] измерение кривизны пластины было адаптировано для характеристики механического поведения. Подложка с нанесенной пленкой помещается в печь, оборудованную для измерения кривизны подложки. Температура циклически изменяется, а кривизна документируется. Учитывая толщину пленки, можно получить график зависимости напряжений в пленке в зависимости от температуры. Доступный диапазон температур ограничен только возможным разрушением пленки образца в результате плавления или химической реакции. Напряжение, в свою очередь, зависит от разницы в тепловом расширении пленки образца и подложки, а также от констант упругости пленки образца. Отклонения от линейного поведения с температурой предполагают пластическую деформацию пленки образца; характер этой деформации подтверждается петлей гистерезиса, наблюдаемой, по крайней мере, на первом температурном

цикле. К преимуществам метода кривизны пластин можно отнести простоту как экспериментальной методики, так и образца, представляющего собой пленку на той же подложке, которая используется в реальных выпускаемых изделиях, без необходимости выборочного удаления подложки под пленкой. Анализ результатов с использованием уравнения (6) не требует знания упругих свойств осаждаемой пленки, а только свойств подложки. Недостатком является невозможность измерения предела прочности при растяжении и относительного удлинения до разрушения. Кроме того, доступны только определенные комбинации модуля Юнга, напряжения течения и температуры. Этот метод оказался очень успешным для получения сведений и данных о механизмах деформации, особенно в алюминиевых пленках [32].

Оценку запаса механической прочности рассчитывают через отношение величины максимальных механических напряжений (механической прочности) в плёнке к текущему значению механических напряжений. Например, для плёнки  $\text{SiO}_2$  механическая прочность составляет 8 ГПа. При величине механических напряжений в 1.6 ГПа запас механической прочности равен 5.

**4. Метод выдувания.** Основа метода выдувания состоит в вытравливании подложки под участком пленки образца с последующим исследованием образованной тонкой пленки. Механику мембраны под давлением можно использовать для анализа наблюдаемого поведения. Форма зоны повышенного давления выбирается исходя из цели испытания; исследуют круглые, квадратные и прямоугольные мембраны. Внеплоскостную деформацию мембраны можно измерить с помощью интерферометрии или соответствующих оптических методов. Этот метод использовался для исследования эластичности тонких пленок; необходимо соблюдать осторожность, чтобы правильно охарактеризовать начальное состояние пленки, включая возможность наличия остаточного напряжения [33,34] (рис. 10.2). Метод также использовался для измерения адгезии между пленкой и подложкой [35].



**Рис. 10.2** Схематическая диаграмма образца для испытаний на вздутие, показывающая этапы нагрузки: слабина (нулевое давление), бесконечно малое и конечное давление. [33,34]

Данный метод основывается на создании избыточного давления воды, воздуха или другого газа, в закрытой камере или конструкции другого типа. Подобный метод имеет ряд преимуществ, таких как: отсутствие непосредственного контакта с образцом, возможность проведения одновременных измерений большого количества образцов, вариативность условий исследований и другие. В работе [36] использовалась камера для создания гидростатического давления, подобный подход в особенности полезен при разработке актюаторов для создания микронасосов предназначенных для работы с жидкостью. Подобные системы идеально подходят для исследования тонкопленочных элементов в связи с преимуществами, описанными ранее.

В других случаях [37] могут применяться исследовательские системы, основанные на подаче избыточного давления газа на исследуемые образцы и одновременного наблюдения прогиба мембраны с помощью, РЭМ. Работа [38], в которой проводилось исследование тонкопленочных слоёв  $\text{SiO}_2/\text{Si}_3\text{N}_4$ , продемонстрировала то, что этот метод очень эффективен для исследования тонкопленочных элементов и способен количественно определять такие параметры, как средняя прочность, модуль Юнга и Вейбулла, а также упругие свойства многослойных пленок.





Рис. 11. Изображение модернизированной системы для исследования механических характеристик тонких пленок [39,40]

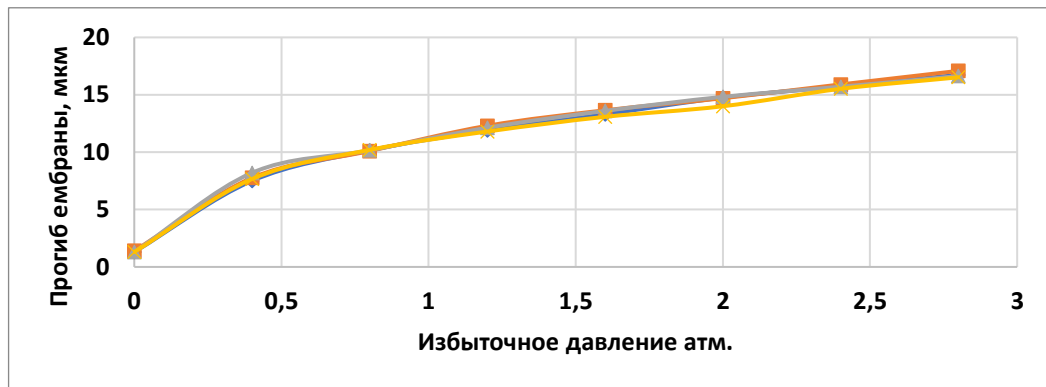


Рис. 12. Зависимость прогиба тонкопленочного мембранного элемента из поликремния, нитрида кремния и оксида кремния от значения избыточного давления

Анализируя зависимость (7) прогиба мембраны  $w$  от избыточного давления  $P$  (рис. 12), можно определить двухосный модуль упругости  $E/(1-\mu)$ :

$$P = C_1 \cdot \frac{\sigma_0 \cdot h \cdot w}{a^2} + C_2 \cdot \frac{E \cdot h \cdot w^3}{(1 - \mu) \cdot a^4} \quad (7)$$

где  $P$  – избыточное давление,  $\sigma_0$  – остаточные механические напряжения в структуре при  $P=0$ ,  $h$  – толщина мембраны,  $w$  – прогиб мембраны,  $a$  – радиус мембраны,  $E$  – модуль Юнга,  $\mu$  – коэффициент Пуассона.

Значения коэффициентов  $C_1$  и  $C_2$  зависят от формы мембраны. Обычно при работе с круглыми мембранами используют  $C_1=4$  и  $C_2=8/3$ . Зависимость  $P(w)$  можно разделить на крутую и пологую область. Критерий крутой области

выполняется при малых значениях прогиба мембраны  $w$ , т.е. первое слагаемое значительно больше второго. Значение двухосного модуля упругости  $E/(1-\mu)$  вычисляют на пологой области зависимости (7) при больших значениях прогиба мембраны  $w$ , т.е. значением первого слагаемого можно пренебречь, в результате для расчёта двухосного модуля упругости получаем формулу (8):

$$\frac{E}{1-\mu} = \frac{P \cdot a^4}{C_2 \cdot h \cdot w^3} \quad (8)$$

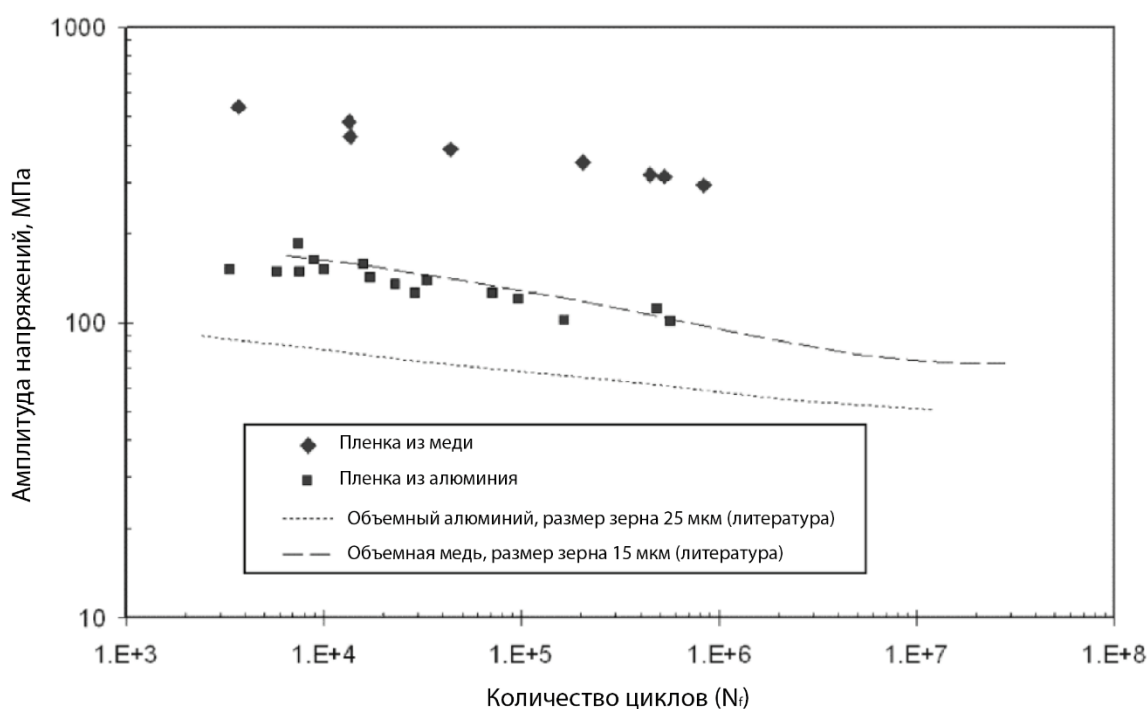
**5. Исследование с использованием деформированного и резонансного кантилевера.** В данном методе, кантилеверы произведенные в сопоставимых масштабах МЭМС устройств, используются в качестве образцов при измерении свойств тонких пленок [41,42]. Для формирования геометрии кантилевера используется фотолитография. Консоли можно деформировать, нагружая, например, инструментальным индентором, или их можно возбудить до резонанса для измерения упругих свойств пленки. Соотношение между жесткостью или резонансной частотой и константой упругости пленки зависит от размеров кантилевера [43]. Идеи методов выдувания и резонанса можно объединить в тесте резонансной мембраны, который можно использовать для определения произведения модуля упругости пленки на массу на единицу площади. Если известны толщина и массовая плотность пленки, можно измерить модуль упругости.

**6. Электрические испытания механической прочности.** Было высказано предположение, что циклические напряжения, создаваемые комбинацией джоулевого нагрева переменным током и дифференциальным тепловым расширением в проводящих пленках на кремниевых подложках, могут быть полезны при оценке механической надежности тонких пленок. Интерес к использованию данной методики для извлечения информации о механическом поведении структур межсоединений возник из-за проблем, связанных с более традиционными подходами к определению механических характеристик

очень маленьких тонкопленочных структур. Для испытаний на микрорастяжение требуются специальные испытательные структуры, которые должны стать намного более сложными, поскольку интересующая ширина линии составляет менее 1 мкм. Для наноиндентирования индентором обычной формы требуется площадь не менее нескольких квадратных микрометров. Дальнейшее развитие электрических испытаний до такой степени, что они могли бы производить механическую информацию о тонких или других небольших недоступных для исследования ранее структур, было бы значительным шагом вперед.

В методике испытаний на усталость переменным током [44] используется циклический джоулев нагрев для применения термических циклов к металлическим линиям и переходным отверстиям в слеситых диэлектрических структурах на кремниевых подложках. Циклические напряжения от дифференциального теплового расширения вызывают упругую и, возможно, пластическую деформацию металлической линии и окружающего ее диэлектрика. Использование высокоамплитудного низкочастотного переменного тока при испытаниях тонкопленочных медных линий исследовалось Монигом и др. в работе [44] они сообщили об изменениях топографии поверхности, которые оказались механическими по происхождению. Испытания алюминиевых балок на усталость от переменного тока привели к топографическим повреждениям в виде регулярных неровностей или складок [45]. Обширное исследование этих алюминиевых тросов с помощью ПЭМ и СЭМ показало, что напряжение переменного тока вызывало дислокации, рост зерен и вращение зерен в различных областях образца [46,47]. В своих работах, они изобразили поведение тонких пленок алюминия под напряжением переменного тока в виде кривых S-N, знакомых по усталости металла [44]. Они показали, что их данные могут быть аппроксимированы законом Басквина для усталости в соответствующем диапазоне циклических температур, и что значения показателя степени в аппроксимации находятся в том же диапазоне, что и для механической

усталости объемных металлов. Предварительный фактор напряжения в законе Басквина является оценкой предела прочности металлов на растяжение; они предложили такое же соотношение для испытания на усталость переменным током. Они смогли вывести значение этого предфактора напряжения, которое согласуется с предельным пределом прочности на растяжение для их тонкой пленки, измеренным с помощью теста на микрорастяжение. температура, достигнутая при испытании на усталость переменным током, не была высокой. На рис. 13 показаны данные по механической усталости из литературы, построенные для сравнения с данными по усталости от переменного тока. Напряжения для точек данных переменного тока были рассчитаны с использованием простой формулы двухосного напряжения. Как для меди, так и для алюминия на этом рисунке данные переменного тока смещены по вертикали от объемных данных, что указывает на разные значения предфакторов усталостного напряжения в аппроксимации Басквина для наборов данных. Эти различия в размерах зерен между объемными и тонкопленочными материалами обусловлены тем, что кристаллографическая текстура и эффекты дополнительного механического ограничения подложкой, также могут играть роль. На графике отмечены размеры зерен сыпучих материалов; тонкие пленки имеют средний диаметр зерен менее 1 мкм.



**Рис. 13.** Данные зависимости усталостного напряжения от срока службы, представленные в виде кривых S-N. График включает литературные данные по испытаниям на механическую усталость и последние данные, полученные при испытании на усталость переменным током, и показывает одинаковое поведение для всех случаев. Вертикальные смещения являются результатом различий в размерах зерна и, возможно, других различий между сыпучими и пленочными материалами, как указано в тексте. [45]

**7. Подходы для повышения механической прочности.** После определения количества и состава слоёв в тонкопленочном элементе согласно техническому заданию или функциональному требованию, приходится идти на уступки по одним параметрам в угоду другим, например, в случае когда мембрана выступает в качестве анода в рентгеновских источниках прострельного типа, размер фокусного пятна и интенсивность рентгеновского излучения увеличивается с увеличением площади мембраны. С другой стороны, механическая прочность структуры снижается. Следовательно, величина избыточного давления уменьшается, которая может выдержать структура без разрушения. Механические свойства материалов в макрообъеме и микрообъеме различаются [48]. Один из путей повышения механической прочности заключается в переходе от прямоугольной к круглой форме мембраны [49]. Это связано с тем, что разрушение мембраны в большинстве случаев происходит по границе мембрана-подложка. Форма круга

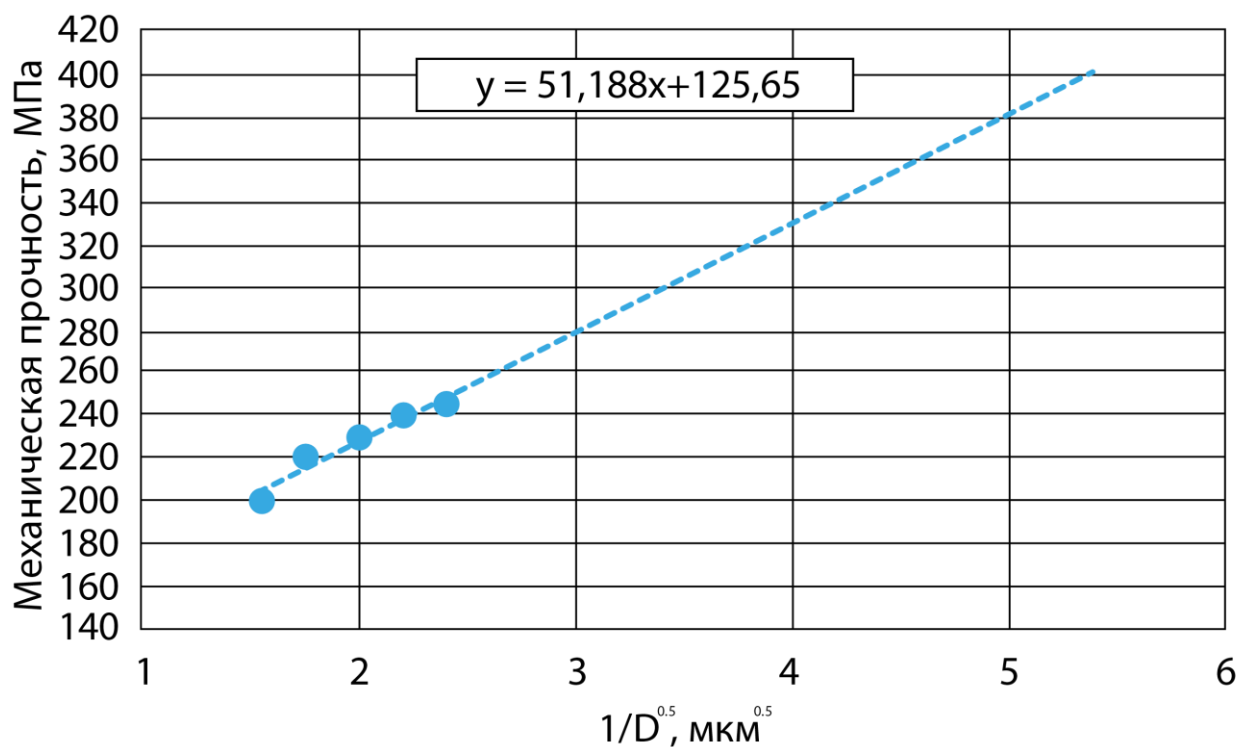
обеспечивает значительно меньшие значения упругих деформаций по сравнению с прямоугольной формой мембраны. Значения деформаций равномерно распределены по контуру мембраны и в материале мембраны [49]. К другим факторам повышения механической прочности относят: уменьшение поверхностных дефектов [50]; изменение размера зерен структуры [39]; легирование материала плёнки атомами меди, цинка, магния, марганца, кремния [48].

Особенно следует отметить тенденцию к увеличению механической прочности при уменьшении размера зерен. Данная зависимость описывается соотношением Холла-Петча по формуле (9) ниже:

$$\sigma_{\text{макс}} = \sigma_0 + \frac{K}{\sqrt{D}} \quad (9)$$

где  $\sigma_{\text{макс}}$  – механическая прочность;  $\sigma_0$  – напряжение трения, которое необходимо для скольжения дислокаций в монокристалле;  $K$  – постоянная, характеризующая свойства материала;  $D$  – размер зерен.

Используя растровый электронный микроскоп, исследователи анализируют размер зерен в вертикальной (делают скол) и в горизонтальной плоскости (фото образца при виде сверху). Значения величин  $K$  и  $\sigma_0$  используют из литературных данных. Например, в статье [52] исследуется механическая прочность материала алюминия. Постоянная  $K$  составляет 51.18, напряжение трения  $\sigma_0$  125 МПа. Механическая прочность тонкоплёночного сплава Al-7% Si изменяется в диапазоне от 200 до 245 МПа, для сплава Al-0.5%Si от 120 до 150 МПа в зависимости от температуры термообработки в обоих случаях. В то же время возможно решение противоположной задачи. Измеряя механическую прочность, например, методом выдувания, можно определить постоянные величины, характеризующие свойства материала.



**Рис. 14.** Зависимость Холла-Петча для сплава Al-7% Si [52]

Ключевое влияние термической обработки на свойства материала заключается в изменении размера зерен. Таким образом, с увеличением температурного воздействия в некотором диапазоне для каждого материала, возникает эффект уменьшения размера зерен, соответственно уменьшается сила трения между зернами, и тем проще деформировать материал. Однако, при переходе размеров зерен в диапазон менее 100 нм (для каждого материала свое граничное значение) начинает изменяться механизм деформации. В результате, не происходит деформации зерен при нагрузке, а зерна начинают скользить вдоль межзеренных границ (зернограничное проскальзывание). Следовательно, можно получить материал с наноразмерными зернами, прессованием или формованием задать форму детали (обычный материал может быть прочным, но хрупким и разрушаться даже при малых деформациях); при этом на следующем шаге обработки увеличить размер зерен, придав материалу хорошие прочностные характеристики.

Пластичные материалы могут выдерживать большие пластические деформации без разрушения (потери сплошности). Однако даже пластичные металлы будут разрушаться, когда деформация станет достаточно большой —

это происходит в результате деформационного упрочнения материала, в результате чего материал становится хрупким. Термическая обработка может восстановить пластичность обрабатываемой детали, для продолжения формования.

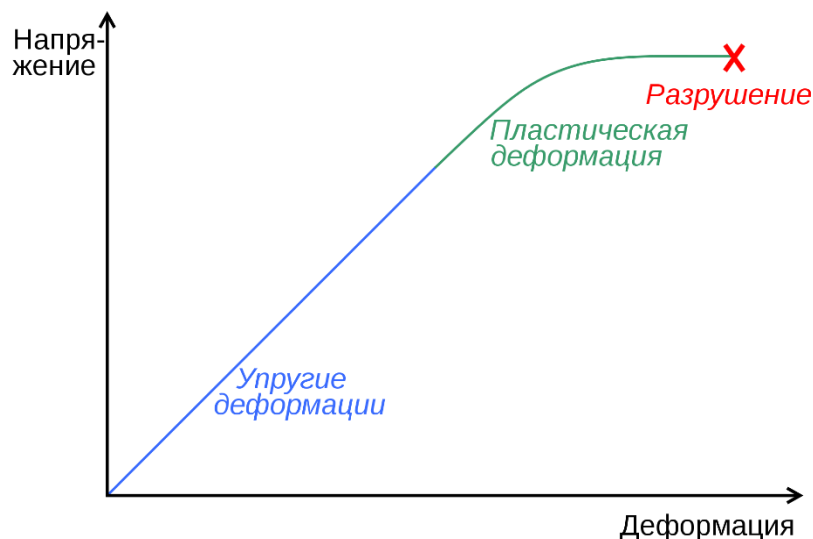


Рис. 15. Идеализированная кривая напряжения-деформации при одноосной деформации, показывающая режимы упругой и пластической деформации для деформационной теории пластичности

В работе [51] отмечается, что связь между механической прочностью и твердостью определяется соотношением  $H \approx 3\sigma_y$ . Измеряют параметр величины твердости  $H$  из-за ее простоты измерения (методом индентирования) и возможности для прогнозирования характеристик тонкоплёночного покрытия, например, в качестве меры износостойкости для нитридного покрытия.

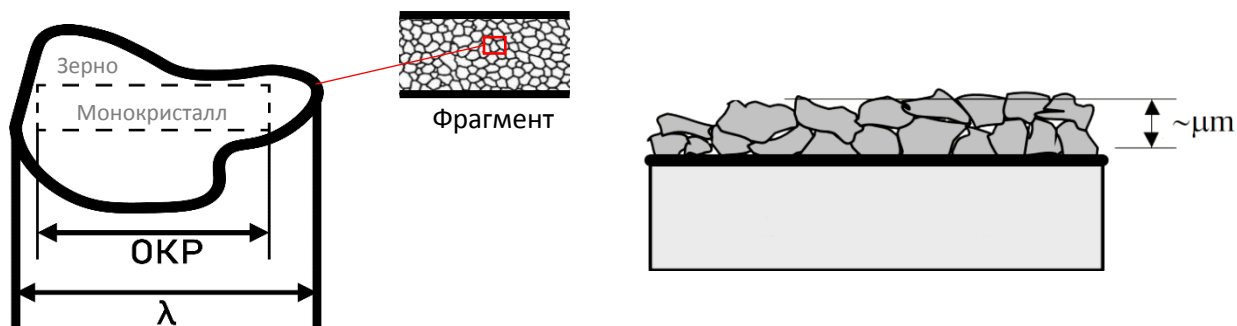


Рис. 16. схематическое изображение расположение зерен в поликристаллическом кремнии и ОКР зерна.



Проблематика прогнозирования прочностных характеристик тонких пленок состоит в том, что имеется ряд как взаимосвязанных, так и независимых, не влияющих на друг друга параметров. Рассматривая влияние размера зерен на механическую прочность тонкопленочных структур [51], в ряде работ заявляется о том, что при уменьшении размера зерна улучшаются прочностные характеристики тонких пленок, а при достижении размера зерна порядка 10 нм (значение зависит от типа материала) достигается наилучшие прочностные характеристики структуры, т.е. уменьшение величины зерна приводит к повышению характеристик пластичности с одновременным ростом прочностных характеристик. На рисунке \*\* представлен график зависимости прочностных характеристик в зависимости от размера зерна. На рисунке \* схематически представлено расположение зерен в тонкой пленке из поликристаллического кремния. Стоит отметить, что структура зерен может иметь различную конфигурацию, ориентацию, степень упорядоченности, концентрацию фаз и морфологию. Так, на рисунке \*\*\* представлен снимок с ПЭМ тонкопленочного слоя из алюминия. На нем отчетливо видны зоны формирования различных, ярко выраженных неравномерных областей что может служить характеристикой алюминия низкого качества. Контролируя процесс роста зерен при формировании тонкопленочных материалов, разделяя его на несколько фаз, применяя термообработку и/или другие технологические воздействия возможно получить нестандартную морфологию, размер зерен и т.д. определяя тем самым свойства будущей структуры.

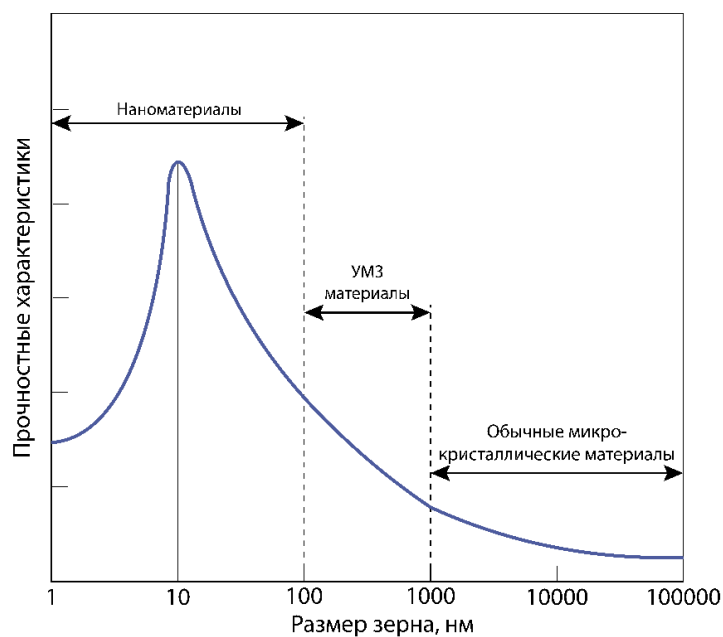


Рис. 17. Теоретическая зависимость прочностных характеристик от размера зерна

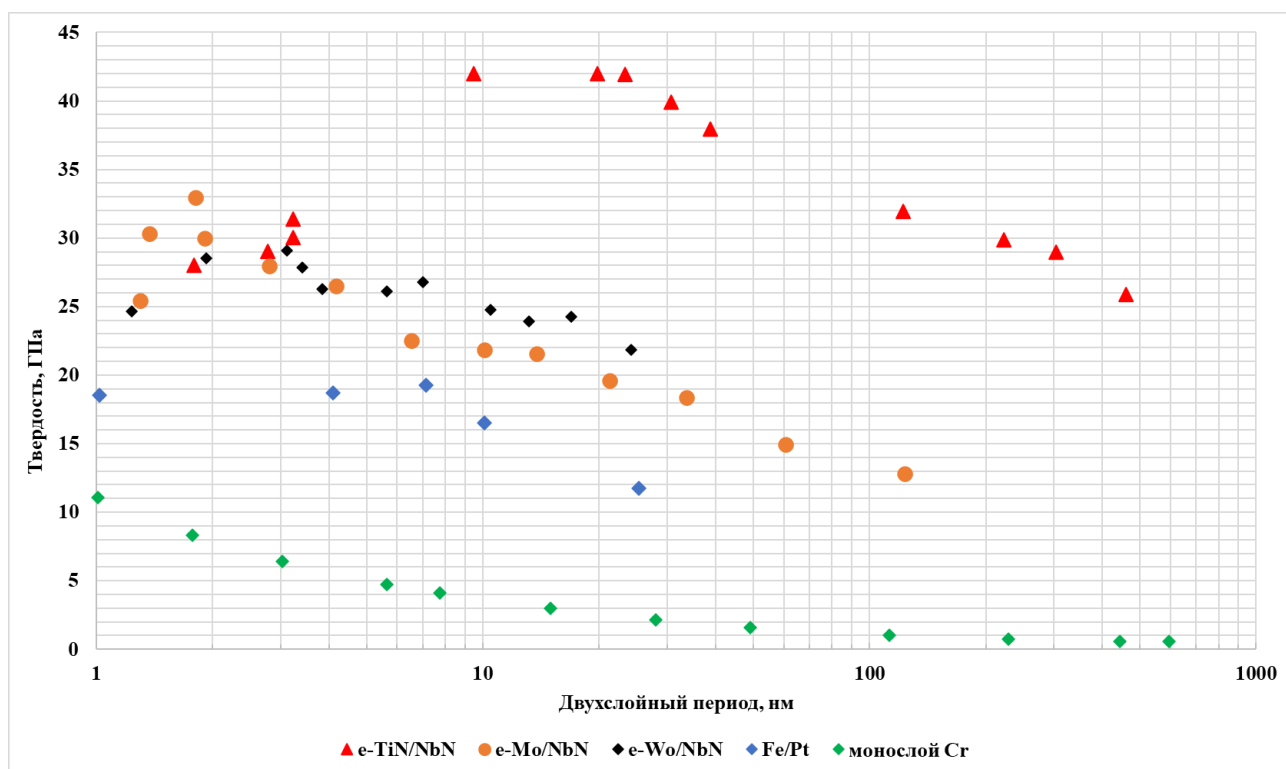


Рис. 18. Экспериментальная зависимость прочностных характеристик от толщины двухслойного периода плёнки (размера зерна) [51]

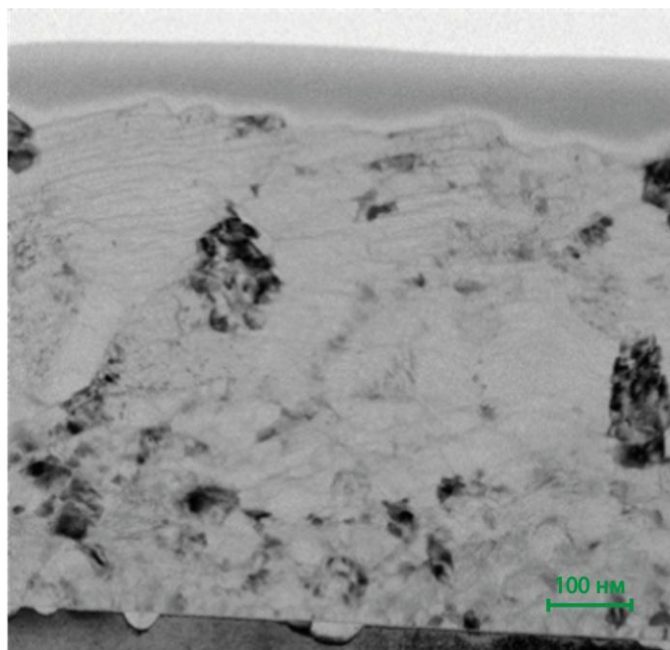


Рис. 19. Снимок тонкопленочного слоя алюминия с помощью ПЭМ

**Заключение.** Уровень техники измерения механических свойств тонких пленок значительно продвинулся за последние 20 лет. Измерения микроразмерных пленок толщиной до 0,5 мкм и плоскостными размерами в десятки микрометров обычно выполняются несколькими методами. Используя зависимость Холла-Петча, можно получить соотношение между механической прочностью и размером зерен пленок нано- и микрометровой толщины. В процессе исследования было обнаружено, что механика разрушения является подходящей основой для количественного анализа адгезии слоев к слоям и пленки к подложке. Материалы нанометрового масштаба в настоящее время представляют собой актуальную задачу в понимании и измерении механического поведения материалов.

Стандартизация методов испытаний является непростой задачей. Одним из шагов вперед в направлении стандартизации может быть внедрение тестов «круговой шкалы», которые должны включать всех соответствующих исследователей МЭМС в попытке проверить общие материалы, используемые в МЭМС в их помещениях, с использованием метода по их выбору.

Как известно, обзор определяет поставку задачи. Поэтому, главной задачей настоящего времени в области механических свойств тонких плёнок является

экспериментальное установление влияния технологических параметров операций на механическую прочность тонкопленочных материалов. На следующих этапах работы будут рассмотрены некоторые из технологических факторов, показан сравнительный анализ с литературными данными, сделана оценка эффекта после их проведения. Кроме того, возможно исследование влияния порядка проведения нескольких различных технологических операций многократно. Также, необходимо учитывать время и материальные затраты при поиске факторов повышения механической прочности для установления целесообразности их проведения или замены материала на более дорогой материал с улучшенными характеристиками.

**Благодарности.** Работа выполнена с использованием оборудования ЦКП "МСТ и ЭКБ" (МИЭТ) при финансовой поддержке Российской Федерации в лице Министерства науки и высшего образования, соглашение № 075-15-2021-1350 от 5 октября 2021 г. (внутренний номер 15.СИН.21.0004).

#### **Список используемых источников:**

1. Dedkova, A.A., Florinsky, I.V., Gusev, E.E. et. al., Technique for Analyzing Volumetric Defects Using Digital Elevation Model of a Surface // Russian Journal of Nondestructive Testing, 2021, 57(11), стр. 1000–1007, DOI:10.31857/S01303082211100
2. Fonseca, D. J., & Sequera, M. (2011). *On MEMS Reliability and Failure Mechanisms. International Journal of Quality, Statistics, and Reliability*, 2011, 1–7. doi:10.1155/2011/820243
3. Microelectromechanical System Sensor Market by Type and Application: Global Opportunity Analysis and Industry Forecast, 2019-202, Allied Market Research
4. C. Li, D. Zhang, G. Cheng & Y. Zhu, Microelectromechanical Systems for Nanomechanical Testing: Electrostatic Actuation and Capacitive Sensing for High-Strain-Rate Testing, *Experimental Mechanics* volume 60, pages329–343(2020)

5. Nabeel Khan, Mohammed Jalal Ahamed, Design and development of a MEMS butterfly resonator using synchronizing beam and out of plane actuation, *Microsystem Technologies* volume 26, pages1643–1652(2020)
6. R. A. Coutu Jr, R. S. LaFleur, J. P. K. Walton, L. A. Starman, Thermal Management Using MEMS Bimorph Cantilever Beams, *Experimental Mechanics* volume 56, pages1293–1303(2016).
7. Dariusz M. Jarza, Bek, Michał Milczarek, Szymon Nosewicz, Piotr Bazarnik, Helmut Schiff, Size Effects of Hardness and Strain Rate Sensitivity in Amorphous Silicon Measured by Nanoindentation, *Metallurgical and Materials Transactions A* volume 51, pages1625–1633(2020)
8. Brotzen, F. R. Mechanical Testing of Thin-Films, *International Materials Reviews* 39 (1), 24–45, 1994.
9. Ding, X. Y.; Ko, W. H.; Mansour, J. M. Residual-Stress and Mechanical-Properties of Boron-Doped P+-Silicon Films, *Sensors and Actuators A-Physical* 23 (1–3), 866–871, 1990.
10. Read, D. T.; Cheng, Y. W.; Keller, R. R.; McColskey, J. D. Tensile Properties of FreeStanding Aluminum Thin Films, *Scripta Materialia* 45 (5), 583–589, 2001.
11. Ruud, J. A.; Josell, D.; Spaepen, F.; Greer, A. L. A New Method for Tensile Testing of Thin Films, *Journal of Materials Research* 8 (1), 112–117, 1993.
12. Espinosa, H. D.; Prorok, B. C.; Peng, B. Plasticity Size Effects in Free-Standing Submicron Polycrystalline FCC Films Subjected to Pure Tension, *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 52 (3), 667–689, 2004.
13. Haque, M. A.; Saif, M. T. A. Deformation Mechanisms in Free-Standing Nanoscale Thin Films: A Quantitative in situ Transmission Electron Microscope Study, *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* 101 (17), 6335–6340, 2004.
14. Ruoff, A.L. (1979). The Fracture and Yield Strengths of Diamond, Silicon and Germanium. In: Timmerhaus, K.D., Barber, M.S. (eds) *High-Pressure Science and Technology*. Springer, Boston, MA. [https://doi.org/10.1007/978-1-4684-7470-1\\_194](https://doi.org/10.1007/978-1-4684-7470-1_194)
15. VanLandingham, M. R. Review of Instrumented Indentation, *Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology* 108 (4), 249–265, 2003Loubet, J. L.; Georges, J. M.;

16. Marchesini, O.; Meille, G. Vickers Indentation Curves of Magnesium-Oxide (MgO), *Journal of Tribology-Transactions of the ASME* 106 (1), 3–48, 1984.
17. Doerner, M. F.; Nix, W. D. A Method for Interpreting the Data from Depth-Sensing Indentation Measurements, *Journal of Materials Research* 1 (4), 601–616, 1986.
18. Oliver, W. C.; Pharr, G. M. An Improved Technique for Determining Hardness and Elastic-Modulus Using Load and Displacement Sensing Indentation Experiments, *Journal of Materials Research* 7 (6), 1564–1583, 1992.
19. King, R. B.; Osullivan, T. C. Sliding Contact Stresses in A Two-Dimensional Layered Elastic Half-Space, *International Journal of Solids and Structures* 23 (5), 581–597, 1987.
20. Tsui, T. Y.; Oliver, W. C.; Pharr, G. M. Influences of Stress on the Measurement of Mechanical Properties Using Nanoindentation .1. Experimental Studies in an Aluminum Alloy, *Journal of Materials Research* 11 (3), 752–759, 1996.
21. Bolshakov, A.; Oliver, W. C.; Pharr, G. M. Influences of Stress on the Measurement of Mechanical Properties Using Nanoindentation .2. Finite Element Simulations, *Journal of Materials Research* 11 (3), 760–768, 1996.
22. Hainsworth, S. V.; Chandler, H. W.; Page, T. F. Analysis of Nanoindentation LoadDisplacement Loading Curves, *Journal of Materials Research* 11 (8), 1987–1995, 1996. 21.
23. Berriche, R. Vickers Hardness from Plastic Energy, *Scripta Metallurgica et Materialia* 32 (4), 617–620, 1995.
24. Li, X. D.; Bhushan, B. A Review of Nanoindentation Continuous Stiffness Measurement Technique and Its Applications, *Materials Characterization* 48 (1), 11–36, 2002.
25. Юлия Хохлова, Максим Хохлов, Индентирование от макро- до нано- и примеры исследований свойств материалов с особой структурой, *Paton Electric Welding Institute of NAS of Ukraine*, DOI:10.13140/RG.2.2.22072.96008
26. Игнатович С. Р. и др. Определение микромеханических характеристик поверхности материалов с использованием наноиндентометра «Микрон-гамма» // *Вестник Харьковского национального авт.-дор. ун-та*. 2008. Т. 42. С. 86-90.

27. ГОСТ Р 8.748-2011 «Государственная система обеспечения единства измерений. Металлы и сплавы. Измерение твердости и других характеристик материалов при инструментальном индентировании. Часть 1. Метод испытаний»
28. W.C. Oliver, G.M. Pharr «Measurement of hardness and elastic modulus by instrumented indentation: Advances in understanding and refinements to methodology» J. Mater. Res., Vol. 19, No. 1, Jan 2004.
29. Dariusz M. Jarza, Bek, Michał Milczarek, Szymon Nosewicz, Piotr Bazarnik, Helmut Schiff, Size Effects of Hardness and Strain Rate Sensitivity in Amorphous Silicon Measured by Nanoindentation, Metallurgical and Materials Transactions A volume 51, pages 1625–1633 (2020)
30. Freund, L. B.; Suresh, S. Thin Film Materials: Stress, Defect Formation and Surface Evolution; Cambridge University Press: Cambridge, UK, 2003.
31. Ohring, M. Materials Science of Thin Films, Deposition and Structure; Academic Press: San Diego, CA, 2002.
32. Nix, W. D. Mechanical-Properties of Thin-Films, Metallurgical Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science 20 (11), 2217–2245, 1989.
33. Jankowski, A. F.; Tsakalakos, T. Effects of Deflection on Bulge Test Measurements of Enhanced Modulus in Multilayered Films, Thin Solid Films 291 243–247, 1996.
34. Small, M. K.; Nix, W. D. Analysis of the Accuracy of the Bulge Test in Determining the Mechanical-Properties of Thin-Films, Journal of Materials Research 7 (6), 1553–1563, 1992.
35. Liechti, K. M.; Shirani, A. Large-Scale Yielding in Blister Specimens, International Journal of Fracture 67 (1), 21–36, 1994.
36. Donald A. Wiegand, Brett Redingius, Kevin Ellis, Claire Leppard, Pressure and friction dependent mechanical strength – cracks and plastic flow, International Journal of Solids and Structures, Volume 48, Issues 11–12, 1 June 2011, Pages 1617–1629, <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2011.01.025>
37. Gusev, E. & Dedkova, A. & A., Djuzhev. (2018). Investigating Mechanical Strength of Multilayer Membranes for MEMS Converters of Physical Quantities. Nanoindustry Russia. 538–541. 10.22184/1993-8578.2018.82.538.541.
38. Jinling Yang, João Gaspar, and Oliver Paul, Fracture Properties of LPCVD Silicon Nitride and Thermally Grown Silicon Oxide Thin Films from the Load-Deflection of

Long Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> and SiO<sub>2</sub>/Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> Diaphragms, Journal of Microelectromechanical Systems (Volume: 17, Issue: 5, Oct. 2008)

39. Ramnath Venkatraman and John C. Bravman, Separation of film thickness and grain boundary strengthening effects in Al thin films on Si // J. Mater. Res., Vol. 7, No. 8, p. 2040-2048, Aug 1992, DOI: <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.2040>
40. Djuzhev N., Gusev E., Dedkova, A. et. al. (2020). Experimental Determination of Mechanical Properties of the Anode Cell of an X-Ray Lithograph. Technical Physics. 65. 1755-1759. 10.1134/S1063784220110055.
41. Petersen, K. E.; Guarnieri, C. R. Youngs Modulus Measurements of Thin-Films Using Micromechanics, Journal of Applied Physics 50 (11), 6761–6766, 1979.
42. Osterberg, P. M.; Senturia, S. D. M-TEST: A Test Chip for MEMS Material Property Measurement Using Electrostatically Actuated Test Structures, Journal of Microelectromechanical Systems 6 (2), 107–118, 1997.
43. Weihs, T. P.; Hong, S.; Bravman, J. C.; Nix, W. D. Mechanical Deflection of Cantilever Microbeams – A New Technique for Testing the Mechanical-Properties of Thin-Films, Journal of Materials Research 3 (5), 931–942, 1988.
44. Mönig, R.; Keller, R. R.; Volkert, C. A. Thermal Fatigue Testing of Thin Metal Films, Review of Scientific Instruments 75 (11), 4997–5004, 2004
45. Keller, R. R.; Geiss, R. H.; Cheng, Y.-W.; Read, D. T. IMECE2004-61291: Microstructure Evolution During Alternating-Current-Induced Fatigue, in Proceedings of the International Mechanical Engineering Conference and Exposition 2004; American Society of Mechanical Engineers: 2004; pp. 107–112.
46. Geiss, R. H.; Read, D. T.; Keller, R. R. TEM Study of Dislocation Loops in Deformed Aluminium Films, Microscopy and Microanalysis 11 (S02), 1870–1871, 2005.
47. Keller, R. R.; Geiss, R. H.; Barbosa, N.; Slifka, A. J.; Read, D. T. Strain-Induced Grain Growth During Rapid Thermal Cycling of Aluminum Interconnects, Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science 38A (13), 2263– 2272, 2007.
48. Gusev, E. E., Borisova, A. V., Dedkova, A. A., Salnikov, A. A., Kireev, V. Y., The Effect of Ion Beam Etching on Mechanical Strength Multilayer Aluminum Membranes // 2019 IEEE Conference of Russian Young Researchers in Electrical and Electronic Engineering (EIConRus), DOI:10.1109/eiconrus.2019.8657243



49. Vlasov, T. Civinskaya and A. Shahnov, Analysis of the influence of the shape of the membrane on the mechanical strength and stability of the parameters of MEMS pressure sensors // MES-2016
50. M.G. Mueller, M. Fornabaio, G. Zagar, A. Mortensen, Microscopic strength of silicon particles in an aluminium-silicon alloy // Acta Materialia, Volume 105, 15 February 2016, Pages 165-175, DOI: 10.1016/j.actamat.2015.12.006
51. Clemens, B.M., Kung, H. & Barnett, S.A. Structure and Strength of Multilayers. MRS Bulletin 24, 20–26 (1999). <https://doi.org/10.1557/S0883769400051502>
52. M.A. Munoz Morris, I. Gutierrez-Urrutia, D.G. Morris, The effect of geometrically necessary dislocations on grain refinement during severe plastic deformation and subsequent annealing of Al–7% Si // Materials Science and Engineering A 493 (2008) 141–147, DOI: 10.1016/j.msea.2007.07.096