

УДК 538.951

<https://doi.org/10.32362/2500-316X-2021-9-3-40-48>

ОБЗОР

Методы оценки механических свойств изолирующих материалов с низкой диэлектрической проницаемостью

И.С. Овчинников [®]

МИРЭА – Российский технологический университет, Москва, 119454 Россия

[®] Автор для переписки, e-mail: ivan-ovchinnikov@mail.ru

Резюме. Представлены обзор и исследование современных методов оценки механических свойств изолирующих материалов с низкой диэлектрической проницаемостью. Определены основные особенности измерения модуля Юнга тонких пленок изолирующих материалов с низкой диэлектрической проницаемостью с использованием методов бриллюэновского рассеяния света, спектроскопии поверхностных акустических волн, пикосекундного лазерно-акустического метода, эллипсометрической порозиметрии, наноиндентирования и метода атомно-силовой микроскопии в различных режимах. Дана оценка латеральному разрешению и разрешению по глубине для указанных методов. Установлена степень сложности подготовки образцов для измерения указанными методами, а также являются ли измерения деструктивными по отношению к образцу. Проведено сравнение результатов оценки модуля Юнга изолирующих материалов с низкой диэлектрической проницаемостью, полученные указанными методами. В результате сравнительного анализа методов оценки механических свойств изолирующих материалов установлено, что метод атомно-силовой микроскопии в режиме количественного наномеханического картирования превосходит другие описанные методы как по латеральному разрешению (8 нм), так и по глубине (10 нм). Показано, что ввиду малой силы воздействия зонда атомно-силового микроскопа на поверхность метод не оказывает деструктивного воздействия на исследуемый образец. Кроме того, отсутствие необходимости создания специальных условий для проведения эксперимента (класс чистоты помещений, возможность эксперимента при условиях окружающей среды и т.д.) делает его относительно простым с точки зрения подготовки объекта исследования. Также установлено, что метод атомно-силовой микроскопии в режиме количественного наномеханического картирования позволяет формировать карту распределения модуля Юнга изолирующего материала в составе системы металлизации интегральных микросхем.

Ключевые слова: модуль Юнга, low-*k* диэлектрики, наноиндентирование, атомно-силовая микроскопия, режим количественного наномеханического картирования

• Поступила: 24.03.2021 • Доработана: 30.03.2021 • Принята к опубликованию: 05.04.2021

Для цитирования: Овчинников И.С. Методы оценки механических свойств изолирующих материалов с низкой диэлектрической проницаемостью. *Российский технологический журнал*. 2021;9(3):40–48. <https://doi.org/10.32362/2500-316X-2021-9-3-40-48>

Прозрачность финансовой деятельности: Автор не имеет финансовой заинтересованности в представленных материалах или методах.

Автор заявляет об отсутствии конфликта интересов.

REVIEW ARTICLE

Evaluation methods of mechanical properties for low- k dielectrics

Ivan S. Ovchinnikov[@]

MIREA – Russian Technological University, Moscow, 119454 Russia

[@] Corresponding author, e-mail: ivan-ovchinnikov@mail.ru

Abstract. This review introduces the study of state-of-art methods for assessing the mechanical properties of insulating materials with low dielectric constant. The main features of measuring Young's modulus of thin films insulating materials with low dielectric constant are determined by usage of Brillouin light scattering, surface acoustic wave spectroscopy, picosecond laser-acoustic method, ellipsometric porosimetry, nanoindentation and atomic force microscopy in various modes. The author estimated the optimum lateral and optimum depth resolution for each above method. The review analyzes the degree of sample preparation complexity for the measurements by these methods and describes what methods of measurement are destructive for the samples. Besides, the review makes a comparison for the results of evaluating Young's modulus of insulating materials with low dielectric constant achieved by different methods. Comparative analysis of the methods for assessing mechanical properties lead us to the conclusion that the method of atomic force microscopy is superior to other methods described above, both in lateral (8 nm) and optimum depth (10 nm) resolution. It is shown that due to the small impact force of the atomic force microscope probe on the surface, the method does not have a destructive effect on the sample. In addition, there is no need to create special conditions for the experiment (e.g., the cleanliness level of the premises, the possibility of an experiment under environmental conditions, etc.). This makes the experiment relatively simple in terms of preparing the object of research. It has been also established that the method of atomic force microscopy in the mode of quantitative nanomechanical mapping allows forming a map of the distribution of the Young's modulus of the insulating material as part of the metallization system of integrated circuits.

Keywords: Young's modulus, low- k dielectrics, nanoindentation, atomic force microscopy, quantitative nanomechanical mapping mode

• Submitted: 24.03.2021 • Revised: 30.03.2021 • Accepted: 05.04.2021

For citation: Ovchinnikov I.S. Evaluation methods of mechanical properties for low- k dielectrics. *Rossiiskii tekhnologicheskii zhurnal = Russian Technological Journal*. 2021;9(3):40–48 (in Russ.). <https://doi.org/10.32362/2500-316X-2021-9-3-40-48>

Financial disclosure: The author has no a financial or property interest in any material or method mentioned.

The author declares no conflicts of interest.

ВВЕДЕНИЕ

Повышение производительности вычислительных устройств является одной из основных задач развития индустрии микро- и нанoeлектроники. Долгое время для этого масштабировали активные элементы микросхем – транзисторы. Однако увеличение числа и плотности компоновки транзисторов на кристалле увеличило длину проводников в системе металлизации. Кроме того, значительно уменьшились площадь сечения проводников и расстояния между ними [1].

Анализ тенденции развития технологических процессов показывает, что, начиная с технологии 250 нм, время прохождения сигнала по проводникам начинает превалировать над временем

переключения транзистора. Это обусловлено ростом, так называемых, резистивно-емкостных (RC) задержек. Основным способом снижения резистивно-емкостных задержек является уменьшение диэлектрической проницаемости материалов, используемых в межуровневой изоляции [2].

На величину диэлектрической проницаемости оказывают влияние поляризуемость молекул и плотность материала. До 45 нм технологического процесса диэлектрическую проницаемость снижали путем интеграции материалов с меньшей поляризуемостью. Когда подобный подход себя исчерпал, в индустрии для межуровневой изоляции начали применять материалы с меньшей плотностью за счет формирования в них пористой структуры [3].

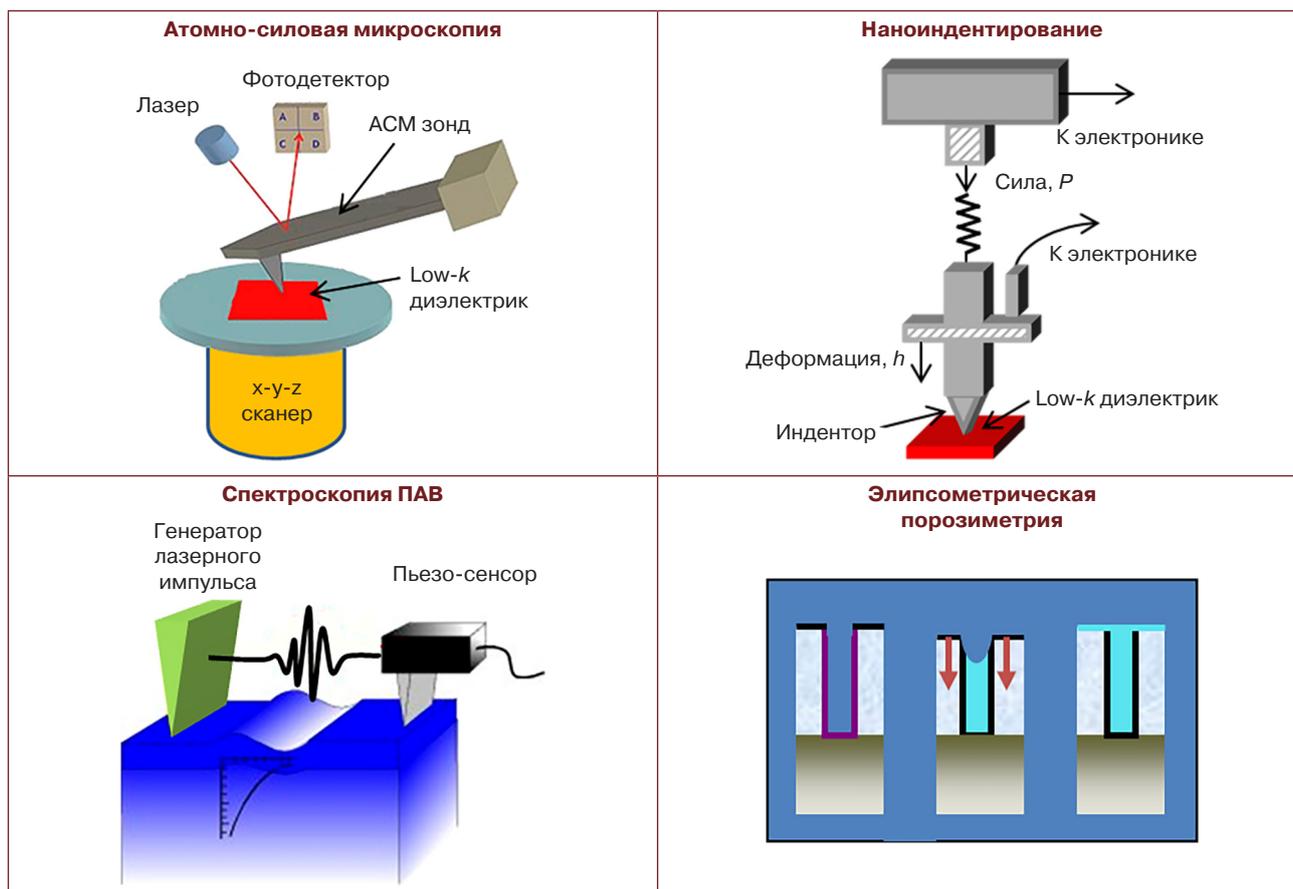


Рис. 1. Методы оценки модуля Юнга тонких пленок изолирующих материалов с низкой диэлектрической проницаемостью

Однако дальнейшее снижение величины диэлектрической проницаемости становится невозможным. Из-за увеличения пористости существенно снижается механическая прочность диэлектрика, что делает его несовместимым с последующими технологическими процессами создания интегральных схем [4, 5]. Таким образом, задача контроля механических характеристик является важной и актуальной для дальнейшего развития индустрии микро- и наноэлектроники.

Основной механической характеристикой, которую используют для оценки прочности диэлектрика, является модуль Юнга (E). Считается, что диэлектрик будет совместим со всеми применяемыми сейчас технологическими операциями, если $E > 5$ ГПа [3].

Для оценки величины E low-*k* пленок применяются различные аналитические методики (рис. 1): бриллюэновское рассеяние света (БС) [6], спектроскопия поверхностных акустических волн (СПАВ) [7], пикосекундный лазерно-акустический метод (ПЛА) [8], эллипсометрическая порозиметрия (ЭП) [9], наноиндентирование (НИ) [10] и методы, основанные на атомно-силовой микроскопии (АСМ) [11]. В данной работе проведена оценка всех указанных выше методик, продемонстрированы их

достоинства и недостатки, характерные для оценки материалов с низкой диэлектрической проницаемостью.

МЕТОДЫ ОЦЕНКИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ В МИКРО- И НАНОЭЛЕКТРОНИКЕ

Наноиндентирование

Метод НИ является основным традиционным инструментом для оценки модуля упругости и твердости широкого спектра материалов, в том числе диэлектриков. Наноиндентирование представляет собой совокупность методов прецизионного локального силового воздействия на материал индентором, свойства которого известны, при одновременной регистрации деформационных откликов с нанометровым разрешением. В качестве индентора используют конический индентор, кубический индентор, индентор Берковича и индентор Виккерса. Важно отметить, что радиус закругления индентора наряду с точностью его позиционирования определяют латеральное разрешение метода НИ. На сегодняшний день известны инденторы с радиусом закругления наконечника 50 нм и точностью позиционирования 100 нм [12].

При наноиндентировании нагрузка, приложенная к образцу (P), и деформация образца (h) регистрируются в виде зависимости «нагрузка – смещение» [13]. Обычно в эксперименте индентор воздействует на образец с усилием, равномерно увеличивающимся до установленного порогового значения, затем воздействие прекращается, и индентор возвращается в начальное положение.

Определение механических свойств по кривой «нагрузка – смещение» выполняется с использованием аналитического метода, предложенного Oliver W.C. и Pharr G.M. [10]. Этот метод разработан для оценки механических свойств объемных материалов. При исследовании тонких пленок возникают погрешности, которые оказывают влияние на корректность оценки величины модуля Юнга. Деформационный отклик индентора в процессе погружения в структуру образца находится в зависимости не только от механики пленки, но и от упругих свойств подложки.

Принято считать, что наноиндентирование завышает показатели модуля Юнга по причине влияния подложки на результат измерений [14, 15]. Важно отметить, что подобное явление наблюдается для пленок с толщиной менее 500 нм. Кроме того, наноиндентирование является разрушающим методом, что делает его непригодным для применения непосредственно в технологическом производственном процессе [16]. Однако это не помешало использовать метод НИ для оценки механических свойств как плотных [17], так и пористых [18] диэлектрических пленок.

Непрерывное масштабирование СБИС потребовало от индустрии создания новых методов оценки механических характеристик. В частности, широкое распространение получили неструктивные методики, применение которых не разрушает образец ввиду отсутствия механического взаимодействия между измерительным зондом и исследуемой поверхностью.

Бриллюэновская спектроскопия

Метод БС с начала 90-х годов XX века стал использоваться для оценки механических свойств диэлектриков [19]. Метод основан на спектральном анализе спонтанного рассеяния Бриллюэна. В ходе измерений оцениваются спектральные изменения рассеянного света, вызванные падающим монохроматическим лазерным лучом, который фокусируется на поверхности пленки. Диаметр пятна в точке фокусировки определяет латеральное разрешение метода, которое находится в диапазоне от 35 до 50 мкм [20].

Так как механический контакт в процессе измерения отсутствует, считается, что метод независим

от влияния подложки на результат измерений. Это позволило исследователям применять его для оценки механики диэлектрических пленок с толщинами менее 500 нм [21]. На сегодняшний день известно о применении метода на пленках с толщиной 100 нм [22].

Обращает на себя внимание, что нет однозначной оценки достоверности получаемых методом БС результатов оценки модуля Юнга диэлектриков с низкой диэлектрической проницаемостью. Продемонстрированные в работе [23] измерения модуля Юнга пористых пленок метилсилсесквиоксана демонстрируют более низкие значения, чем при наноиндентировании. В свою очередь, Sean King и соавторы в [22] показывают результаты, которые хорошо коррелируют с НИ.

Спектроскопия поверхностных акустических волн

В методе спектроскопии поверхностных акустических волн широкополосные пакеты поверхностных акустических волн генерируются посредством поглощения энергии лазерного импульса на границе раздела «пленка – подложка». Когда энергия сфокусированного лазерного импульса с длительностью в наносекундном или пикосекундном диапазоне поглощается на поверхности образца, происходит его быстрое тепловое расширение и, как следствие, генерация поверхностных акустических волн [24].

Когда ПАВ распространяются вдоль направления (110) на плоскости кремния (100), степень их дисперсии мало зависит от коэффициента Пуассона пленки, а в основном зависит от модуля Юнга. Таким образом, теоретические дисперсионные кривые с различными модулями Юнга (E) могут быть рассчитаны в соответствии с теорией волнового движения.

Вследствие схожей природы измерений, латеральное разрешение метода незначительно лучше метода БС и составляет 10 мкм. Что касается корреляции результатов оценки модуля Юнга, то они тоже имеют интересные особенности. Так, для пористых диэлектрических пленок с $E < 3$ ГПа результаты оказываются несколько ниже результатов, полученных методом НИ [2]. Однако для упругих пленок (SiO_2 или Si_3N_4) измерения количественно согласуются с результатами наноиндентирования [7].

Пикосекундный лазерно-акустический метод

Пикосекундный лазерно-акустический (ПЛА) метод был впервые предложен в 1984 году С. Thomsen и соавторами в работе [8]. Измерения основаны на использовании сверхкоротких лазерных импульсов для

генерации когерентных акустических импульсов и обнаружения их с помощью ультракоротких зондирующих лазерных импульсов с задержкой по времени, когда они распространяются через прозрачную среду или достигают границ раздела пленка подложка. Диаметр сфокусированного пятна лазера на поверхности пленки составляет 5–7 мкм. Для определения упругости пленок в методе ПЛА используют эхо-импульсный метод или метод детектирования рассеяния Бриллюэна. Кроме того, чем короче длительность акустического импульса, тем точнее могут быть выполнены измерения модуля упругости [25].

Применение пикосекундного лазерно-акустического метода для оценки упругости low- k диэлектриков продемонстрировано в [26]. В работе показана возможность измерения механических свойств осажденных из газовой фазы пористых пленок a-SiOC:H. Также метод был использован для оценки пористых диэлектрических пленок в [27]. Анализ указанных выше работ позволяет сделать вывод, что метод ПЛА позволяет исследовать как пористые, так и плотные low- k пленки с толщиной менее 100 нм. Однако для реализации измерений необходимо определить точную толщину пленки и сформировать на исследуемой поверхности непрозрачный слой преобразователя.

Эллипсометрическая порозиметрия

Метод эллипсометрической порозиметрии (ЭП) – неразрушающий метод определения пористости и распределения пор по размерам для low- k пленок [9]. Метод ЭП представляет собой комбинацию неинтрузивного (распространение волн) и интрузивного (адсорбция пара) методов и позволяет измерять как полную пористость пленки по значению показателя преломления, так и открытую пористость по количеству адсорбированного растворителя. Расчет размера пор основан на уравнении Кельвина.

Важной особенностью ЭП является возможность одновременной оценки толщины пленки и показателя преломления. Изменение показателя преломления используется для определения количества конденсированной жидкости в порах с использованием приближения эффективной среды или уравнения Лоренца – Лоренца [9]. Незначительное и обратимое изменение толщины пленки из-за микроскопического капиллярного давления является упругой реакцией на капиллярные силы, которая зависит от модуля Юнга пористой пленки.

Пространственное разрешение метода ЭП определяется световым лучом эллипсометра, который даже после фокусировки превышает 100 мкм. Что касается допустимых толщин пленок, то на сегодняшний день известно о результатах, полученных на

пленках с толщиной 50 нм, если пористость выше 30% и $E < 3$ ГПа [28]. Важным недостатком является то, что ЭП нельзя использовать для плотных материалов.

Указанный метод хорошо согласуется с результатами ПАВ и БС измерений, несмотря на использование в них разных физических принципов для определения модуля Юнга. Однако, как и для других неразрушающих методов, результаты демонстрируют более низкие значения в сравнении с НИ.

Атомно-силовая микроскопия

В последнее время увеличился интерес к способам оценки механики, основанным на методе атомно-силовой микроскопии, основным преимуществом которых является их высокое латеральное разрешение, позволяющее оценивать механические свойства диэлектрика, интегрированного в систему металлизации.

АСМ – один из видов сканирующей зондовой микроскопии, основанный на Ван-дер-Ваальсовских взаимодействиях острия зонда с поверхностью образца [29]. Методы АСМ можно использовать для получения карт распределения таких величин, как рельеф образца, адгезия зонд – образец, модуль Юнга, деформация и так далее [30].

Для измерения механических характеристик образца в АСМ используется несколько режимов. В работе A.L. Weisenhorn и соавторов [31] показана возможность исследования механики образца посредством регистрации кривых «сила – смещение» и их интерпретации с точки зрения контактной механики. Регистрация силовых кривых возможна как в контактном [31], так и в полуконтактном [32] режимах сканирования. Эти измерения широко используются с момента начала развития АСМ, однако они страдают от ряда проблем, включая медленную скорость измерений и сильную зависимость от калибровок кантилевера.

Также широкое применение для наномеханических измерений нашли динамические режимы АСМ, такие как акустическая атомно-силовая микроскопия (AFAM) [33], ультразвуковая атомно-силовая микроскопия (UAFM) [34] и режим контактного резонанса (CR-AFM) [35].

В работах M. Корыцинска-Мюллер и соавторов продемонстрированы результаты измерения модуля Юнга ультратонких (28 нм) пленок SiO₂ [36] и пористых пленок (46–350 нм) [37] методом AFAM в сравнении с НИ и результатами измерений лазерно-акустическим методом. AFAM измерения демонстрировали хорошую согласованность с НИ с незначительным завышением результатов при уменьшении толщины пленки.

Предложенный Kazushi Yamanaka и O. Kolosov [38, 39] режим ультразвуковой атомно-силовой микроскопии применяется для оценки механических характеристик нервных клеток [40] и впервые синтезированных углеродных нанотрубок [41]. Кроме того, в режиме ультразвуковой атомно-силовой микроскопии можно определять наличие скрытых дефектов диэлектрика в системе межуровневой металлизации [42].

В работе G. Stan и соавторов продемонстрированы результаты измерений тонких диэлектрических пленок (~500 нм), осажденных из газовой фазы на Si (100) [43]. Результаты показали хорошую корреляцию с ПЛА-измерениями. Кроме того, авторы предложили неразрушающий способ 3D-томографии механических свойств low-*k* пленок толщиной 120 нм, синтезированных методом осаждения из газовой фазы [44]. Использование режима CR-AFM в совокупности с режимом AFM-IR продемонстрировали возможность выполнения химико-механического анализа наноструктур Cu/low-*k* [45].

На сегодняшний день малоизученным режимом АСМ в области измерения механических свойств остается предложенный в начале 2010-х гг. режим наномеханического картирования (PeakForce quantitative nanomechanical mapping, PFQNM). В этом режиме зонд с высокой частотой периодически сближается с поверхностью образца и взаимодействует с ней в течение короткого времени. В результате формируются так называемые силовые кривые (рис. 2), которые являются источником информации о механических характеристиках образца [46].

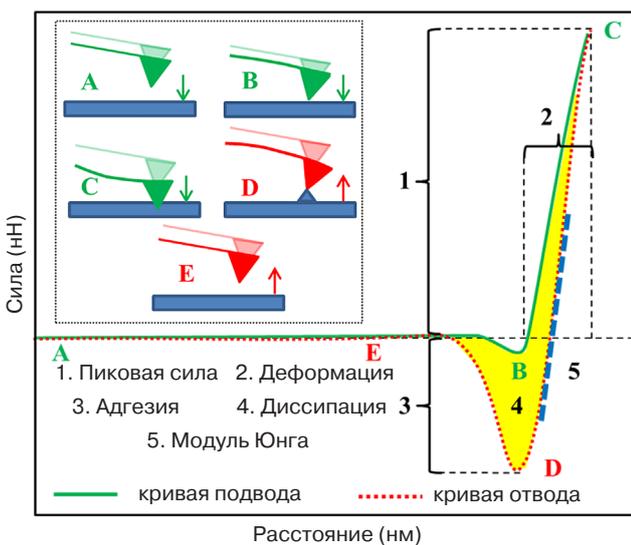


Рис. 2. Силовые кривые, полученные методом АСМ в режиме количественного наномеханического картирования

В работе [47] продемонстрированы результаты оценки пористых метил-модифицированных силикатов в сравнении с результатами НИ, СПАВ и ЭП.

Результаты показали хорошую корреляцию с методом НИ, но оказались несколько ниже значений, полученных методами ПАВ и ЭП. Также метод может быть использован для локализации дефектов межуровневой изоляции [48].

Особенностью метода является независимость результатов измерений от толщины исследуемой пленки, несмотря на наличие механического контакта с поверхностью. Это можно объяснить тем, что АСМ в режиме PFQNM способен осуществлять измерения при небольшой силе нагрузки (до <0.1 нН) и при глубине вдавливания на уровне 1 нм [49], что значительно отличает его от наноиндентирования. В работе [50] показаны достоверные результаты оценки модуля Юнга для образца с толщиной 10 нм. Кроме того, латеральное разрешение метода ограничено только радиусом закругления зонда (~8 нм).

СРАВНЕНИЕ МЕТОДОВ ОЦЕНКИ МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ

Анализ большинства предложенных на сегодняшний день методов оценки механических свойств диэлектрических пленок позволил выделить ряд важных характеристик, которые отличают их между собой. Это латеральное разрешение, разрешение по глубине, сложность пробоподготовки и наличие деструктивного воздействия на исследуемый образец.

С точки зрения латерального разрешения очевидным преимуществом обладает метод атомно-силовой микроскопии в различных режимах. Его латеральное разрешение, как уже обсуждалось выше, составляет порядка 8 нм. В настоящий момент это является крайне актуальным, так как при таком разрешении можно оценивать упругость диэлектрических пленок непосредственно в составе системы металлизации интегральных схем. Наиболее близкие результаты к АСМ демонстрирует метод НИ – 250 нм. Методы, основанные на распространении в пленках электромагнитных колебаний (СПАВ, ПЛА, БС), имеют разрешение в диапазоне 10–50 мкм. Худшие результаты демонстрирует метод ЭП – 100 мкм.

Разрешение по глубине также оказалось лучшим у метода АСМ в режиме наномеханического картирования – 10 нм. Также достаточно высокие результаты (28 нм) демонстрирует метод АСМ в режиме «акустическая атомно-силовая микроскопия». Несколько более низкие результаты демонстрирует метод ЭП, однако, результаты можно получить только для пористых пленок. Методы СПАВ, ПЛА и БС имеют самое низкое разрешение по глубине в диапазоне от 100 до 150 нм.

По сложности пробоподготовки самым простым остается метод НИ. Далее можно расположить

метод АСМ. Стоит отметить, что в методе АСМ все измерения проводятся в условиях окружающей среды и могут быть зависимы от свойств интерфейса «зонд/пленка». Методы СПАВ, ПЛА и БС требуют достаточно серьезной пробоподготовки. В частности, для них характерна необходимость формирования дополнительного слоя материала, используемого либо в качестве приемника, либо в качестве отражателя.

Как показал проведенный анализ, деструктивное воздействие на образец оказывает только метод НИ. Все остальные рассмотренные методы являются неразрушающими и позволяют использовать образец для дальнейших исследований.

С точки зрения оценки модуля Юнга все рассмотренные методы дают качественно согласованные результаты. Количественно же результаты сильно зависят от физической природы используемого метода. Так, метод НИ хорошо согласуется с результатами АСМ в режиме количественного наномеханического картирования. Оба метода основаны на вдавлении образца зондом. Однако результаты оказываются несколько выше, чем для методов СПАВ, ПЛА и БС, в основе которых лежит принцип распространения электромагнитных колебаний в структуре пленки. Метод ЭП также хорошо

согласуется с результатами СПАВ, ПЛА и БС измерений, несмотря на использование в них разных физических принципов.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В проведенном обзоре представлены передовые экспериментальные методы оценки механических свойств изолирующих материалов с низкой диэлектрической проницаемостью. Продемонстрированы особенности их применения, а также достоинства и недостатки, характерные для их применения в индустрии микро- и нанoeлектроники.

Представленный сравнительный анализ рассмотренных методов позволяет выделить среди них метод атомно-силовой микроскопии в различных режимах, в особенности в режиме количественного наномеханического картирования.

Метод АСМ демонстрирует лучшие показатели как по латеральному разрешению (8 нм), так и по глубине (10 нм). Кроме того, метод не требует сложной пробоподготовки и не оказывает деструктивного воздействия на исследуемый образец. Это делает его наиболее перспективным для дальнейших исследований механических свойств изолирующих материалов, особенно в составе системы металлизации интегральных схем.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ / REFERENCES

1. Havemann R.H., Hutchby J.A. High-performance interconnects: an integration overview. In: *Proc. IEEE*. 2001;89(5):586–601. <https://doi.org/10.1109/5.929646>
2. Maex K., Baklanov M.R., Shamiryani D., Iacopi F., Brongersma S.H., Yanovitskaya Z.S., Iacopi F. Low dielectric constant materials for microelectronics. *J. Appl. Phys.* 2003;93(11):8793–8891. <https://doi.org/10.1063/1.1567460>
3. Baklanov M.R., Vanstreels K., Wu C., Li Y., Croes K. Low dielectric constant materials for nanoelectronics. In: *Thin Films On Silicon: Electronic and Photonic Applications*. 2016;8:163–271. https://doi.org/10.1142/9789814740487_0005
4. Guyer E.P., Patz M., Dauskardt R.H. Fracture of nanoporous methyl silsesquioxane thin-film glasses. *J. Mater. Res.* 2006;21(4):882–894. <https://doi.org/10.1557/jmr.2006.0106>
5. Guyer E.P., Dauskardt R.H. Effect of solution pH on the accelerated cracking of nanoporous thin-film glasses. *J. Mater. Res.* 2005;20(3):680–687. <https://doi.org/10.1557/JMR.2005.0079>
6. Zizka J., King S., Every A.G., Sooryakumar R. Mechanical properties of low- and high-*k* dielectric thin films: a surface Brillouin light scattering study. *J. Appl. Phys.* 2016;119(14):144102. <https://doi.org/10.1063/1.4945672>
7. Gostein M., Maznev A.A., Mazurenko A., Tower J. Surface wave metrology for copper/low-*k* interconnects. In: *AIP Conf. Proc.* 2005;788(1):496–500. <https://doi.org/10.1063/1.2063009>
8. Thomsen C., Strait J., Vardeny Z., Maris H.J., Tauc J., Hauser J.J. Coherent phonon generation and detection by picosecond light pulses. *Phys. Rev. Lett.* 1984;53(10):989–992. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.53.989>
9. Mogilnikov K.P., Baklanov M.R. Characterisation of low-*k* dielectric films by ellipsometric porosimetry. In: *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 2000;612:D4.2.1–D4.2.12. <https://doi.org/10.1557/PROC-612-D4.2.1>
10. Oliver W.C., Pharr G.M. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 1992;7(6):1564–1583. <https://doi.org/10.1557/JMR.1992.1564>
11. Hurley D.C., Kopycinska-Müller M., Kos A.B., Geiss R.H. Nanoscale elastic-property measurements and mapping using atomic force acoustic microscopy methods. *Meas. Sci. Technol.* 2005;16(11):2167–2172. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/16/11/006>
12. Knap J., Ortiz M. Effect of indenter-radius size on Au(001) nanoindentation. *Phys. Rev. Lett.* 2003;90(22):226102. <https://doi.org/10.1103/physrevlett.90.226102>
13. Egart M., Janković B., Srčić S. Application of instrumented nanoindentation in preformulation studies of pharmaceutical active ingredients and excipients. *Acta Pharmaceutica*. 2016;66(3):303–330. <https://doi.org/10.1515/acph-2016-0032>
14. Choi Y., Lee H., Kwon D. Analysis of sharp-tip-indentation load–depth curve for contact area determination taking into account pile-up and sink-in effects. *J. Mater. Res.* 2004;19(11):3307–3315. <https://doi.org/10.1557/JMR.2004.0419>

15. Vella J.B., Volinsky A.A., Adhietty I.S., Edwards N.V. Nanoindentation of silicate low-*k* dielectric thin films. In: *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 2001;716(1):1213. <https://doi.org/10.1557/PROC-716-B12.13>
16. Zehnder C., Kurkjian C.R., Bruns S., Peltzer J.N., Korte-Kerzel S., Möncke D. Influence of cooling rate on cracking and plastic deformation during impact and indentation of borosilicate glasses. *Front. Mater.* 2017;4:5. <https://doi.org/10.3389/fmats.2017.00005>
17. Shen L., Zeng K., Wang Y., Narayanan B., Kumar R. Determination of the hardness and elastic modulus of low-*k* thin films and their barrier layer for microelectronic applications. *Microelectron. Eng.* 2003;70(1):115–124. [https://doi.org/10.1016/S0167-9317\(03\)00413-1](https://doi.org/10.1016/S0167-9317(03)00413-1)
18. Okudur O.O., Vanstreels K., De Wolf I., Hangen U. Extraction of elastic modulus of porous ultra-thin low-*k* films by two-dimensional finite-element simulations of nanoindentation. *J. Appl. Phys.* 2016;119(2):025302. <https://doi.org/10.1063/1.4939284>
19. Jiang X., Goranchev B., Schmidt K., Grünberg P., Reichelt K. Mechanical properties of *a*-Si:H films studied by Brillouin scattering and nanoindenter. *J. Appl. Phys.* 1990;67(11):6772–6778. <https://doi.org/10.1063/1.345064>
20. Zhou W., Bailey S., Sooryakumar R., King S., Xu G., Mays E., Ege C., Bielefeld J. Elastic properties of porous low-*k* dielectric nano-films. *J. Appl. Phys.* 2011;110(4):043520. <https://doi.org/10.1063/1.3624583>
21. Bailey S., Mays E., Michalak D.J., Chebiam R., King S. Mechanical properties of high porosity low-*k* dielectric nano-films determined by Brillouin light scattering. *J. Phys. D: Appl. Phys.* 2013;46(4):045308. <https://doi.org/10.1088/0022-3727/46/4/045308>
22. King S., Antonelli G.A., Stan G., Cook R.F., Sooryakumar R. Advances in metrology for the determination of young's modulus for low-*k* dielectric thin films. In: *Proc. SPIE 8466. Instrumentation, Metrol. Stand. Nanomanufacturing. Optics. Semicond.* 2012;8466:84660A. <https://doi.org/10.1117/12.930482>
23. Flannery C.M., Wittkowski T., Jung K., Hillebrands B., Baklanov M.R. Critical properties of nanoporous low dielectric constant films revealed by Brillouin light scattering and surface acoustic wave spectroscopy. *Appl. Phys. Lett.* 2002;80(24):4594–4596. <https://doi.org/10.1063/1.1478775>
24. Schneider D. Laser-induced surface acoustic waves for material testing. In: (Eds.). Ida N., Meyendorf N. *Handbook of Advanced Non-Destructive Evaluation.* Springer International Publishing; 2018. P. 1–63. https://doi.org/10.1007/978-3-319-30050-4_38-1
25. Thomsen C., Grahn H.T., Maris H.J., Tauc J. Surface generation and detection of phonons by picosecond light pulses. *Phys. Rev. B Condens. Matter.* 1986;34(6):4129–4138. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.34.4129>
26. Chapelon L.L. Measuring the Young's modulus of ultralow-*k* materials with the non destructive picosecond ultrasonic method. *Microelectron. Eng.* 2006;83(11–12):2346–2350. <https://doi.org/10.1016/j.mee.2006.10.033>
27. Mechri C., Ruello P., Gusev V., Breteau J.M., Mounier D., Henderson M., Gibaud A., Dourdain S. Evaluation of elastic properties of nanoporous silicon oxide thin films by picosecond laser ultrasonics. *Eur. Phys. J. Spec. Top.* 2008;15391:211–213. <https://doi.org/10.1140/epjst/e2008-00430-8>
28. Mogilnikov K.P., Baklanov M.R. Determination of Young's modulus of porous low-*k* films by ellipsometric porosimetry. *Electrochem. Solid-State Lett.* 2002;5(12):29–32. <https://doi.org/10.1149/1.1517771>
29. Binnig G., Quate C.F., Gerber C. Atomic force microscope. *Phys. Rev. Lett.* 1986;56(9):930–934. <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.56.930>
30. Sokolov I., Dokukin M.E., Guz N.V. Method for quantitative measurements of the elastic modulus of biological cells in AFM indentation experiments. *Methods.* 2013;60(2):202–213. <https://doi.org/10.1016/j.ymeth.2013.03.037>
31. Weisenhorn A.L., Maivald P., Butt H., Hansma P.K. Measuring adhesion, attraction, and repulsion between surfaces in liquids with an atomic-force microscope. *Phys. Rev. B Condens. Matter.* 1992;45(19):226–232. <https://doi.org/10.1103/physrevb.45.11226>
32. Rosa-Zeiser A., Weilandt E., Hild S., Marti O. The simultaneous measurement of elastic, electrostatic and adhesive properties by scanning force microscopy: pulsed-force mode operation. *Meas. Sci. Technol.* 1997;8(11):1333–1338. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/8/11/020>
33. Rabe U., Janser K., Arnold W. Vibrations of free and surface-coupled atomic force microscope cantilevers: theory and experiment. *Rev. Sci. Instrum.* 1996;67(9):3281–3293. <https://doi.org/10.1063/1.1147409>
34. Yamanaka K., Maruyama Y., Tsuji T., Nakamoto K. Resonance frequency and Q factor mapping by ultrasonic atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* 2001;78(13):1939–1941. <https://doi.org/10.1063/1.1357540>
35. Stan G., Cook R.F. Mapping the elastic properties of granular Au films by contact resonance atomic force microscopy. *Nanotechnology.* 2008;19(23):235701. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/19/23/235701>
36. Kopycinska-Müller M., Striegler A., Hürrieh A., Köhler B., Meyendorf N., Klaus-Jürgen W. Elastic properties of nano-thin films by use of atomic force acoustic microscopy. *Mater. Res. Soc. Symp. Proc.* 2009;1185:II09. <https://doi.org/10.1557/PROC-1185-II09-04>
37. Kopycinska-Müller M., Clausner A., Yeap K., Köhler B. Mechanical characterization of porous nano-thin films by use of atomic force acoustic microscopy. *Ultramicroscopy.* 2016;162:82–90. <https://doi.org/10.1016/j.ultramic.2015.12.001>
38. Yamanaka K., Ogiso H., Kolosov O. Ultrasonic force microscopy for nanometer resolution subsurface imaging. *Appl. Phys. Lett.* 1994;64(2):178–180. <https://doi.org/10.1063/1.111524>
39. Kolosov O., Yamanaka K. Nonlinear detection of ultrasonic vibrations in an atomic force microscope. *Jpn. J. Appl. Phys.* 1993;32(8A):L1095–L1098. <https://doi.org/10.1143/JJAP.32.L1095>
40. Huey B.D. AFM and acoustics: fast, quantitative nanomechanical mapping. *Annu. Rev. Mater. Res.* 2007;37(1):351–385. <https://doi.org/10.1146/annurev.matsci.37.052506.084331>
41. Muthaswami L., Zheng Y., Vajtai R., Shehkawat G., Ajayan P., Geer R.E. Variation of radial elasticity in multiwalled carbon nanotubes. *Nano Lett.* 2007;7(12):3891–3894. <https://doi.org/10.1021/nl072002o>

42. Sarioglu A.F., Atalar A., Degertekin F.L. Modeling the effect of subsurface interface defects on contact stiffness for ultrasonic atomic force microscopy. *Appl. Phys. Lett.* 2004;84(26):5368–5370. <https://doi.org/10.1063/1.1764941>
43. Stan G., King S.W., Cook R.F. Elastic modulus of low-*k* dielectric thin films measured by load-dependent contact-resonance atomic force microscopy. *J. Mater. Res.* 2009;24(9):2960–2964. <https://doi.org/10.1557/jmr.2009.0357>
44. Stan G., King S.W., Mays E., Yoo H.J. Nanoscale tomographic reconstruction of the subsurface mechanical properties of low-*k* high-aspect ratio patterns. *Nanotechnology.* 2016;27(48):485706. <https://doi.org/10.1088/0957-4484/27/48/485706>
45. Lo M., Dazzi A., Marcott C.A., Dillon E., Hu Q., Kjoller K., Prater C.B., King S.W. Nanoscale chemical-mechanical characterization of nanoelectronic low-*k* dielectric/Cu interconnects. *ECS J. Solid State Sci. Technol.* 2016;5(4):3018–3024. <https://doi.org/10.1149/2.0041604jss>
46. Clark N., Oikonomou A., Vijayaraghavan A. Ultrafast quantitative nanomechanical mapping of suspended graphene. *Physica Status Solidi (b)*. 2013;250(12):2672–2677. <https://doi.org/10.1002/pssb.201300137>
47. Ovchinnikov I.S., Vishnevskiy A.S., Seregin D.S., Rezmanov A.A., Schneider D., Sigov A.S., Vorotilov K.A., Baklanov M.R. Evaluation of mechanical properties of porous OSG films by PFQNM AFM and benchmarking with traditional instrumentation. *Langmuir.* 2020;36(32):9377–9387. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.0c01054>
48. Ovchinnikov I.S., Vorotilov K.A., Seregin D.S., Dalskaya Y.G. Detection of hidden defects in low-*k* dielectrics by atomic force microscopy. *J. Phys.: Conf. Ser.* 2019;1327(1):012011. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1327/1/012011>
49. Young T.J., Monclus M.A., Burnett T.L., et al. The use of the PeakForce™ quantitative nanomechanical mapping AFM-based method for high-resolution Young's modulus measurement of polymers. *Meas. Sci. Technol.* 2011;22(12):125703. <https://doi.org/10.1088/0957-0233/22/12/125703>
50. Zhou Y.W., Yang C.K., Sie S.Y., Chiu H.C., Tsay J.S. Variations of the elastic modulus perpendicular to the surface of rubrene bilayer films. *Phys. Chem. Chem. Phys.* 2019;21(9):4939–4946. <https://doi.org/10.1039/c8cp07062h>

Об авторе

Овчинников Иван Сергеевич, аспирант кафедры наноэлектроники Физико-технологического института ФГБОУ ВО «МИРЭА – Российский технологический университет» (119454, Россия, Москва, пр-т Вернадского, д. 78). E-mail: ivan-ovchinnikov@mail.ru. <https://orcid.org/0000-0002-5174-3985>

About the author

Ivan S. Ovchinnikov, Postgraduate Student, Department of Nanoelectronics, Institute of Physics and Technology, MIREA – Russian Technological University (78, Vernadskogo pr., Moscow, 119454 Russia). E-mail: ivan-ovchinnikov@mail.ru. <https://orcid.org/0000-0002-5174-3985>