

МЕТОД ОЦЕНКИ МЕХАНИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ ТОНКОСЛОЙНЫХ ПОКРЫТИЙ

© 2004 г. И. С. Гайнутдинов*, доктор техн. наук; Е. А. Несмелов*, доктор физ.-мат. наук;
Р. Д. Алнакберов*; А. В. Михайлов**, канд. техн. наук

* НПО "Государственный институт прикладной оптики", г. Казань

** ВНИИ "Государственный оптический институт им. С.И. Вавилова", Санкт-Петербург

Предложен метод количественной оценки механической прочности оптических покрытий по результатам испытаний микротвердости вдавливанием алмазного индентора. Показано, что сравнение результатов для различных покрытий может быть проведено только при условии равенства глубин вдавливания. Приведены конкретные результаты для токопроводящих пленок на основе оксида индия и олова.

Коды OCIS: 310.0310, 310.6870.

Поступила в редакцию 24.02.2004.

Испытание на твердость занимает важное место среди средств контроля механических свойств и качества обработки поверхности изделий в промышленности. Такое испытание является тонким и надежным методом анализа эксплуатационных свойств поверхностей изделий. Это особенно важно для поверхностей оптических элементов с многослойными интерференционными покрытиями различного назначения. Известно, что в реальных условиях эксплуатации на поверхности оптических элементов осаждается большое количество пыли, жиров и веществ различной природы. Кроме того, наружные оптические поверхности приборов подвергаются механическим воздействиям возникающих при снятии загрязнений или при воздействии абразивных частиц (динамической пыли). Класс чистоты оптической поверхности может существенно снизиться при воздействии механических нагрузок за счет появления царапин и частичного износа верхних слоев покрытия, а это, несомненно, приводит к ухудшению оптических характеристик покрытия. Так как толщина слоев оптического покрытия соизмерима с длиной волны излучения, то малейшее ее нарушение приводит к изменению оптических свойств элементов. Поэтому при разработке технологии нанесения оптических покрытий особое внимание необходимо уделять способам контроля и сравнения механических свойств покрытий из различных пленкообразующих материалов, полученных при различных значениях технологических параметров (скорость роста пленки, давление в вакуумной камере, температура подложки и т. д.).

В оптической промышленности, согласно ОСТ 3-1901-95, механическую прочность покрытий определяют методом истирания на приборе СМ-55. Этот метод имитирует очистку оптической поверхности батистовой салфеткой, смоченной спиртом для эффективного удаления грязи. При определении прочности покрытия образец с покрытием устанавлива-

ется на стол, вращающийся с частотой 500 об/мин. Резиновый наконечник прибора, закругленный по сфере радиусом 3 мм (имитация человеческого пальца), оборачивают батистовой тканью, устанавливают груз массой 200 г и вертикально опускают его на поверхность вращающегося покрытия. Нагрузка скользит по поверхности покрытия с естественным трением, что аналогично очистке поверхности. Группу механической прочности при этом испытании определяют по числу оборотов до появления сквозной или прерывающейся царапины на поверхности покрытия.

По существу, рассмотренный метод имитирует процесс ручной чистки оптической детали с покрытием батистовой тканью, но не дает количественной оценки механической прочности и допускает довольно свободное толкование результатов. В методе нет конкретного определения понятия сквозной или прерывающейся царапины, не установлены срок годности резинового наконечника и методы его оценки, хотя известно, что свойства резины меняются со временем. Кроме того, скорость движения наконечника не соответствует скорости ручной очистки, а нагрев от трения игнорируется.

Известно [1], что одним из параметров материала, определяющих износ при трении, является предел текучести материала на срез. Эта величина непосредственно связана с микротвердостью материала. Поэтому, по нашему мнению, количественной характеристикой механической прочности оптических покрытий может служить микротвердость, определяемая как сопротивление материала пластической деформации. Метод определения твердости основан на статическом вдавливании твердого индентора в поверхность испытываемого материала.

Твердость как физическая величина не имеет в настоящее время общепризнанного научного толкования, но как техническое понятие, тем не менее, находит необычайно широкое применение. С точки

зрения механики, твердость представляет собой локальное сопротивление упругим и пластическим деформациям при внедрении в плоскость испытуемого материала жесткого наконечника и выражается средним контактным давлением (с размерностью [кгс/мм²]) на поверхности невосстановленного отпечатка или средней работой, затрачиваемой на вытеснение единицы объема материала из-под наконечника (с размерностью [кгс мм/мм³]) [2].

Практическая значимость понятия твердости объясняется тем, что она служит вспомогательным средством определения механической прочности при испытаниях. Для того чтобы найти прочность материала опытным путем, требуются десятки образцов, которые разрушаются в процессе приложения нагрузки. Твердость же можно определить, испытывая один образец и не нарушая его целостности.

Так как мы имеем дело с тонкими пленками, то измерения твердости необходимо проводить с малыми нагрузками (менее 100 гс), чтобы исключить касания острия индентора поверхности подложки. Поскольку для измерения отпечатков ввиду их малых размеров необходим микроскоп, то и сам метод получил название метода определения микротвердости. Более того, при малых нагрузках на хрупких телах и на тонких пленках получают пластичные неразрушенные отпечатки. Для измерения микротвердости хрупких материалов и, особенно, тонких слоев существует специально сконструированный алмазный билиндрический индентор Егорова (ГОСТ 10717-75), имеющий поверхность, образованную пересечением двух цилиндров радиусом $r = 2$ мм, оси которых пересекаются под углом $\alpha = 136^\circ$. Индентор оставляет отпечаток в виде вытянутой линзы с четкими концами. Отношение длины отпечатка к глубине проникновения индентора l/h достигает 80. Такая конфигурация наконечника позволяет получить отпечатки на поверхности пленки с минимальной глубиной внедрения.

По измеренной длине отпечатка l по формуле

$$H = \frac{3r \sin \alpha}{l^3} P = \frac{4,168 \times 10^6}{l^3} P \quad (1)$$

вычисляется микротвердость в единицах кгс/мм². Здесь l – длина отпечатка, выраженная в микрометрах; P – нагрузка в единицах грамм-сила; r – радиус цилиндров в микрометрах.

Глубина отпечатка, выраженная в микрометрах, равна

$$h = \frac{l^2}{8r \sin(\alpha/2)} = 6,74 \times 10^{-5} l^2.$$

Тогда микротвердость через глубину отпечатка h выражается формулой:

$$H = \frac{3 \cos(\alpha/2)}{8\sqrt{2}h^3 r \sin(\alpha/2)} P = \frac{2,306}{h^{3/2}} P. \quad (2)$$

Известно, что при переходе к испытанию с малыми нагрузками наблюдается повышение микротвердости, однако это не связано с принципиальными недостатками самого метода, а объясняется возрастающим вкладом поверхностных слоев в общее сопротивление пластической деформации при внедрении наконечника в материал [3]. Помимо поверхностного натяжения и контактного трения, сюда входит особое упрочненное состояние поверхностных слоев по сравнению с внутренними областями. Суммарная работа образования отпечатка складывается из объемной составляющей, затрачиваемой на вытеснение материала индентором, и поверхностной энергии, затрачиваемой на образование новой поверхности и деформацию поверхностных слоев. Так как твердость представляет отношение работы к вытесненному объему, то, как показано в [2], общую микротвердость можно представить в виде:

$$H_{\text{общ}} = H_{\text{об}} + K \frac{r}{l^2} = H_{\text{об}} + \frac{K_1}{h}, \quad (3)$$

где $H_{\text{об}}$ – объемная микротвердость; K – коэффициент, учитывающий геометрию индентора и сопротивление пластической деформации; K_1 – перенормированный коэффициент K .

Кривая, изображающая зависимость микротвердости от нагрузки, согласно формуле (3) представляет собой гиперболу.

Экспериментально полученные зависимости микротвердости от нагрузки также хорошо аппроксимируются гиперболой подобного типа, горизонтальная асимптота которой для объемных материалов (но не для пленок в силу малости толщины) характеризует макротвердость, не зависящую от нагрузки. Типичный вид кривой зависимости микротвердости от нагрузки для двух разных материалов представлен на рис. 1.

На рисунке по кривым 1 и 2 мы можем сравнивать и оценивать значения микротвердости для двух различных материалов только по их асимптотическому значению, что требует многократных измерений с повышающейся нагрузкой. Поэтому, ввиду гиперболического характера зависимости микротвердости от приложенной нагрузки, количественное определение и сравнение результатов измерений целесообразно проводить при условии равенства глубины проникновения индентора. С учетом того что измерения микротвердости тонкослойных покрытий на подложке необходимо проводить при глубине проникновения наконечника в пределах толщины покрытия (в противном случае мы рискуем получить недостоверные результаты из-за влияния

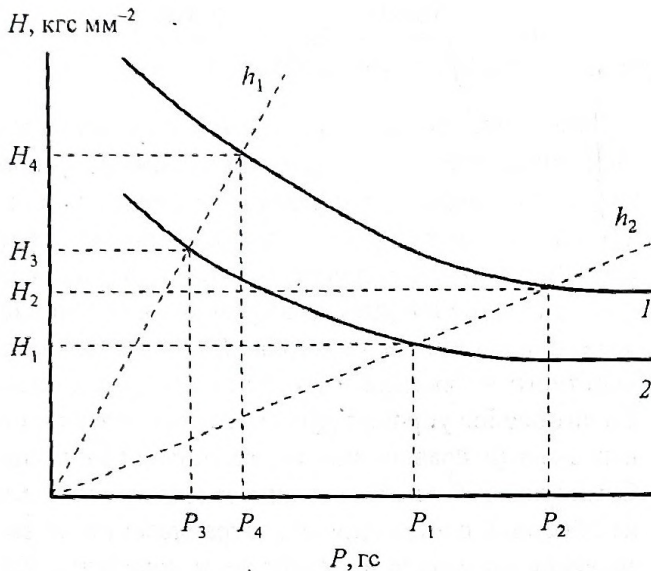


Рис. 1. Типичные графики зависимости микротвердости от нагрузки для двух материалов 1 и 2. h_1 и h_2 – линии равной глубины.

подложки), именно это представление и необходимо положить в основу оценки твердости пленок. Физически это означает, что для корректной оценки и сравнения значений микротвердости мы должны рассматривать значения механической работы, затрачиваемой на внедрение индентора на одинаковую глубину, чем и определяется выбор глубины внедрения в качестве основной переменной. Конкретные значения глубины внедрения выбираются из двух условий: во-первых, глубина не должна быть более $2/3$ толщины покрытия, чтобы исключить влияние подложки; во-вторых, она должна быть достаточной, чтобы исключить влияние внутренних напряжений в пленке. При этом сохраняется произвольный выбор значения h .

Для сравнения значений микротвердости мы вводим понятие линии равной глубины, которая на графике для каждого значения глубины представляет наклонную прямую, идущую от начала координат. Тангенс угла наклона этой прямой численно равен:

$$\operatorname{tg}\beta = \frac{3 \cos(\alpha/2)}{8\sqrt{2}h^3 r \sin(\alpha/2)} = \frac{2,306}{h^{3/2}}. \quad (4)$$

Задавая разные значения h в пределах толщины исследуемого покрытия, мы получаем семейство прямых линий, соответствующих конкретным глубинам внедрения индентора. Точки пересечения линий равной глубины с графиком зависимости $H(P)$ дают значения микротвердости H_i и соответствующие значения нагрузки P_i на разных глубинах (рис. 1). Такая информация дает, во-первых, возможность численно сравнивать механические свойства различных покрытий, во-вторых, анализировать физико-механические свойства приповерхностных слоев.

Проиллюстрируем применение данного подхода определения микротвердости покрытий на примере слоев на основе оксида индия (In_2O_3), легированного оловом (SnO_2). Тонкие пленки толщиной 400 нм были получены методом вакуумного электронно-лучевого испарения материала с составом In_2O_3 (90%)– SnO_2 (10%) в атмосфере частично ионизированного кислорода при давлении остаточных газов. Пленки осаждались на подогретые до $T_n = 320^\circ\text{C}$ подложки из оконного стекла марки М1 и стекла К-8. Измерения проводились на микротвердомере ПМТ-3 бицилиндрическим индентором Егорова. Для снижения влияния вибраций, возникающих в момент нагружения, микротвердомер в наших измерениях был оснащен устройством автоматического нагружения (аналогично [4]). Для обеспечения правильности измерений при малых нагрузках проводилась специальная тарировка прибора на полированных образцах КС1, обладающего малой твердостью. Метод тарировки заключался в следующем: проводилась серия уколов поверхности КС1 при нагрузке 0,5 гс и без нагрузки, добивались такой установки индентора, при которой укол без нагрузки не давал отпечатка, а укол при нагрузке 0,5 гс давал максимально возможный по размерам отпечаток. Измерения при каждой выбранной нагрузке определялись после усреднения по нескольким точкам. Результаты измерений для двух образцов, полученных при разных значениях давления остаточных газов в вакуумной камере, представлены на рис. 2.

Как показывают полученные результаты, микротвердость непосредственно на поверхности (минимальная нагрузка) мала. Этот факт может быть объяснен, по-видимому, наличием значительных ра-

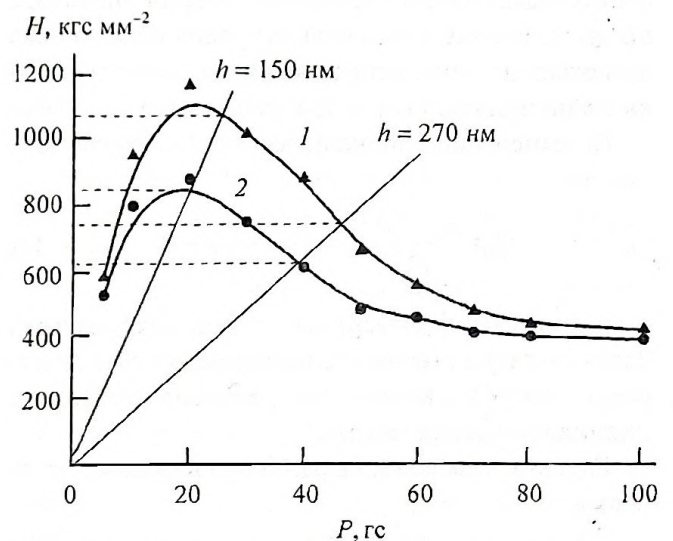


Рис. 2. Зависимость микротвердости пленок $\text{In}_2\text{O}_3(\text{Sn})$, полученных при давлении остаточных газов 2×10^{-4} мбар (кривая 1) и 8×10^{-4} мбар (кривая 2), от нагрузки.

стягивающих напряжений в покрытиях. При малых нагрузках ослабленные действующим растягивающим напряжением связи разрываются быстрее, так как усилия действуют в одном направлении. При увеличении нагрузки доля вклада внутренних напряжений в общее усилие падает, что и приводит к росту микротвердости, т. е. зависимость микротвердости приближается к зависимости (3). Эти представления полностью соответствуют данным [5, 6]. Существование растягивающих напряжений в покрытиях рассматриваемых типов подтверждается исследованиями с помощью других методов [7]. Увеличение нагрузок приводит к появлению максимума на кривой микротвердости. При дальнейшем увеличении нагрузок происходит гиперболический спад значений напряжений, и при глубине проникновения индентора, соизмеримой с толщиной покрытия (400 нм), появляется существенное влияние подложки. Кроме того, при достаточно большой глубине внедрения индентора происходит срыв покрытия, что позволяет оценить адгезию, т. е. энергию сцепления покрытия с подложкой [8]. Эта характеристика является не менее важной при определении механических свойств тонкослойных покрытий.

Таким образом, введение понятия линии равной глубины и описанный подход позволяют количественно однозначно определять и сравнивать области истинных значений микротвердости тонкопле-

ночных покрытий. Результаты работы нашли широкое практическое применение при разработке оптических покрытий, эксплуатируемых в жестких условиях механического воздействия.

ЛИТЕРАТУРА

1. Крагельский И.В., Добычин М.Н., Комбатос В.С. Основы расчетов на трение и износ. М.: Машиностроение, 1977.
2. Григорович В.К. Твердость и микротвердость металлов. М.: Наука, 1976.
3. Партон В.З., Морозов Е.М. Механика упругопластического разрушения. М.: Наука, 1974.
4. Исследование в области измерения твердости / Под ред. Полинчука Б.И. // Труды метрологических институтов СССР. В. 91 (151). М.: Стандартиздат, 1967.
5. Черепанов Г.П. Механика разрушения композиционных материалов. М.: Наука, 1983.
6. Берштейн В.А. Механогидролитические процессы и прочность твердых тел. Л.: Наука, 1987.
7. Гусев А.Г., Несмелов Е.А., Никитин А.С., Гайнутдинов И.С. Внутренние напряжения в тонких пленках Ge, ZnS, ZnSe // ОМП. 1982. № 8. С. 35–37.
8. Несмелов Е.А., Никитин А.С., Гусев А.Г., Иванов О.Н. Измерение энергии адгезии тонких пленок // ОМП. 1982. № 10. С. 34–37.