

УДК 621.793.182, 621.893

## ИССЛЕДОВАНИЕ ВЛИЯНИЯ РЕЖИМОВ ОСАЖДЕНИЯ НА СКОРОСТЬ РОСТА И АНТИФРИКЦИОННЫЕ СВОЙСТВА ТОНКИХ ПЛЕНОК $\text{MoS}_2$

Александр Иванович Семочкин<sup>(1)</sup>, Антон Вадимович Сиков<sup>(2)</sup>, Орхан Эльдар оглы Алиханов<sup>(3)</sup>, Виктор Евгеньевич Бражников<sup>(4)</sup>

*Студент 1 курса магистратуры<sup>(1)</sup>, Студент 1 курса магистратуры<sup>(2)</sup>, студент 3 курса бакалавриата<sup>(3)</sup>, студент 3 курса бакалавриата<sup>(4)</sup>  
кафедра «Электронные технологии в машиностроении»  
Московский государственный технический университет им. Н. Э. Баумана*

*Научный руководитель: А.И. Беликов,  
Кандидат технических наук, доцент кафедры «Электронные технологии в машиностроении»*

### ВВЕДЕНИЕ

Создание новых, более совершенных технологий и устройств, всегда является актуальной задачей. В качестве одного из активно развивающихся направлений можно выделить энергетику с современной тенденцией перехода на высокоэффективные и более экологичные способы получения энергии. Наиболее подходящей заменой существующим источникам энергии является термоядерный синтез. Однако для промышленной реализации источников на основе термоядерного синтеза требуется изучить поведение плазмы в больших объемах. Для решения этой задачи был создан проект ИТЭР, реализация которого требует объединения различных областей современной науки [1].

Поскольку элементы термоядерного реактора при его функционировании находятся в агрессивных и экстремальных средах, к применяемым материалам предъявляются строгие требования. Например, стенки вакуумной камеры должны выдерживать высокие температуры, магнитная система должна обеспечивать точное и управляемое функционирование плазмы, а соединительные элементы (болты, гайки и пр.) должны сохранять свои эксплуатационные свойства в вакууме и в химически агрессивных средах, при высоких, статических и динамических нагрузках, вибрациях. Стоит отметить, что с течением длительного времени эксплуатации в вакууме, соприкасающиеся поверхности различных деталей могут схватываться, что значительно затрудняет их демонтаж, а высокое трение материалов в парах трения приводит к резкому ухудшению эффективности их работы [2].

Для увеличения срока службы трущихся поверхностей, а также для их более легкого монтажа и демонтажа по истечении нескольких десятков лет эксплуатации, применяются антифрикционные покрытия. Твердые смазочные материалы обладают преимуществами перед обыкновенными жидкими смазками, не способными функционировать в условиях вакуума. Также они лишены ограничений на эксплуатацию в экстремальных условиях [3].

К твердым смазочным материалам относятся дихалькогениды тугоплавких металлов (ДТМ), такие, как дисульфиды молибдена ( $\text{MoS}_2$ ) и вольфрама ( $\text{WS}_2$ ), диселенид ниобия ( $\text{NbSe}_2$ ). Смазывающие свойства этих материалов обусловлены их слоистой структурой: слои связаны между собой слабыми Ван-дер-Ваальсовыми силами и способны перемещаться друг относительно друга. Наиболее доступным и перспективным среди слоистых материалов является дисульфид молибдена. Он сохраняет свои эксплуатационные характеристики вплоть до криогенных температур (до 30 К). Помимо этого, дисульфид молибдена устойчив к радиации, выдерживает

статические нагрузки до 3000 МПа и динамические нагрузки до 700 МПа [4]. Ввиду этого  $\text{MoS}_2$  находит широкое применение в космической промышленности (пары трения в космическом телескопе Джеймса Уэбба) [5] и в энергетической промышленности (подшипники скольжения, элементы конструкции в проекте ИТЭР).

При формировании тонкопленочных антифрикционных покрытий дисульфида молибдена на рабочих поверхностях деталей возникает ряд трудностей, связанных с качеством и свойствами получаемых покрытий, а также с производительностью процесса [6]. Например, для элементов вакуумных систем требуются покрытия достаточно большой толщины. Однако метод магнетронного распыления мишени в вакууме имеет ограничения по скорости осаждения (менее 1 мкм/час), и процесс нанесения покрытий толщиной несколько микрометров может занимать длительное время. Такое простое решение, как повышение скорости осаждения при нанесении покрытий, приводит к получению покрытий, обладающих более низкими трибологическими характеристиками.

В связи с этим необходимо оценить влияние различных параметров технологического процесса на скорость роста и трибологические свойства тонкопленочных покрытий дисульфида молибдена.

## ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

Целью данной работы являлось: отработка технологии формирования тонкопленочного покрытия  $\text{MoS}_2$  методом магнетронного распыления прессованной мишени с содержанием основного материала  $\text{MoS}_2$  не менее 98% (ДМИ-7) и экспериментальные исследования трибологических характеристик получаемых покрытий.

Подготовка образцов с тонкими пленками  $\text{MoS}_2$  осуществлялась на модернизированной экспериментальной вакуумной установке, созданной на базе корпуса промышленной установки «Balzers 350G» (рисунок 1). Установка обеспечивает реализацию методов постоянного (DC) и импульсного (LF) магнетронного нанесения с помощью соответствующих источников напряжения.

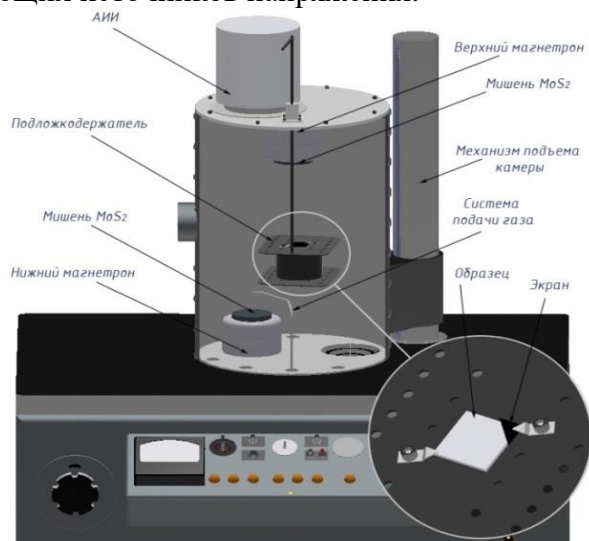


Рисунок 1. 3D модель экспериментальной установки

В качестве подложек под пленки использовались фрагменты полупроводниковых кремниевых пластин кристаллографической ориентации (100), размером  $15 \times 15 \text{ мм}^2$ .

В экспериментах при нанесении антифрикционных покрытий дисульфида молибдена варьировались следующие параметры процесса: режим магнетронного

распыления мишени (постоянный или импульсный), температура подложки, мощность разряда, потенциал смещения на подложке, давление аргона, ток разряда и время нанесения покрытия. Магнетронное распыление мишени MoS<sub>2</sub> проводилось в среде аргона. Импульсный режим реализовывался на частоте 50 кГц с коэффициентом заполнения импульсов 50%. Расстояние от катод-мишени до кремниевой подложки составляло 100 мм и оставалось неизменным.

Все кремниевые подложки проходили жидкостную очистку, а также финишную очистку путем обработки поверхности потоком ионов из автономного источника ионов (АИИ) с холодным катодом типа «Радикал» непосредственно перед операцией нанесения покрытия с целью распыления легких элементов, сорбированных газов и активации поверхности. Очистка с использованием автономного источника ионов потоком ионов аргона осуществлялась при следующих режимах: рабочее давление аргона –  $5.15 \cdot 10^{-1}$  Па, ускоряющее напряжение на аноде – 2.1 кВ, ток на магнитной катушке АИИ – 2.05 А, время обработки составляло 30 минут. В результате проведения серии экспериментов на разных режимах было подготовлено более 40 образцов с покрытиями. В таблице 1 представлены некоторые эксперименты и значения варьируемых параметров.

Таблица 1. Режимы проведения процессов осаждения MoS<sub>2</sub>

Мишень		MoS <sub>2</sub>					
Рабочий газ		Аргон					
Расстояние от мишени до подложки		100 мм					
№ образца	Режим нанесения	Температура подложки, К	Мощность разряда, Вт	Давление аргона, Па	Время нанесения, мин	Ток разряда, А	Потенциал смещения, В
1	DC	473	22	$10 \cdot 10^{-1}$	120	0,05	0
2	LF	473	75	$9 \cdot 10^{-1}$	60	0,15	-30
3	DC	323	20	$7 \cdot 10^{-1}$	35	0,1	-30
4	DC	523	50	$9,5 \cdot 10^{-1}$	65	0,1	0
5	LF	323	22	$5 \cdot 10^{-1}$	360	0,05	0
6	DC	523	25	$7 \cdot 10^{-1}$	60	0,05	-30

Антифрикционные характеристики покрытий определялись на трибометрическом стенде (рисунок 2), с использованием измерительной схемы по типу "pin-on-disk". На вращающемся столике (1) располагался образец с покрытием (2). Система регулируется блоком (7), на котором висит грузик (8), с системой нагружения индентора грузом (4), таким образом, чтобы индентор (3) располагался на подложке. При включении электродвигателя, соединенного со столиком креплением (10), подложка начинает вращаться, осуществляются измерения. Тензометрический датчик (5), закрепленный на балке (6) фиксирует деформации, возникающие от силы трения в контакте индентор-образец. Аналоговый сигнал от датчика преобразуется в цифровые данные аналого-цифровым преобразователем (АЦП) и передается в компьютер для дальнейшей обработки. Внешний вид фрагмента интерфейса программы обработки данных с графиком изменения величины динамического коэффициента трения в реальном масштабе времени показан на рисунке 3. На графике наблюдается

характерный этап приработки покрытия в течение первых 60 секунд испытаний. На этом этапе коэффициент трения покрытия достигает наибольшего значения и равен 0.12. После этапа приработки коэффициент трения снижается до значений  $0.07 \div 0.08$  и остается стабильным до окончания испытаний. В течение часа испытаний антифрикционное покрытие на кремниевой подложке демонстрировало относительно стабильное невысокое значение коэффициента трения.

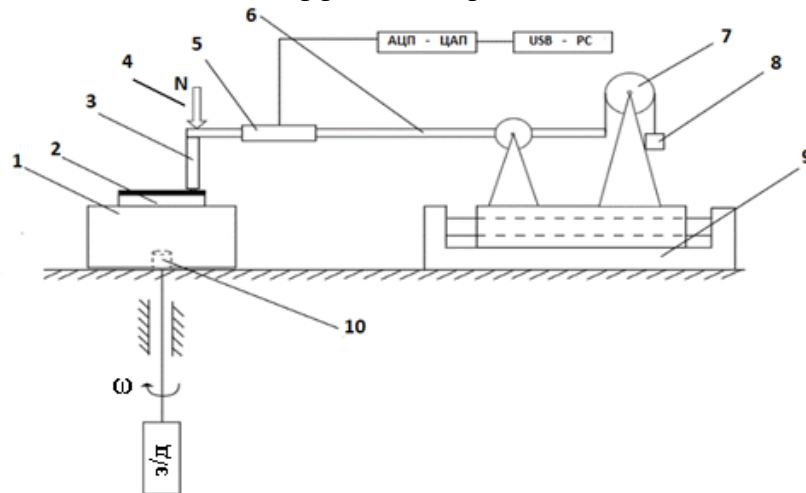


Рисунок 2. Принципиальная схема трибологического стенда. 1 — предметный столик; 2 — исследуемый образец; 3 — индентор; 4 — система нагружения индентора; 5 — тензометрический датчик; 6 — балка; 7 — блок; 8 — груз-противовес для уравнивания балки; 9 — механизм перемещения; 10 — крепление вала электродвигателя (э/д) к столику.

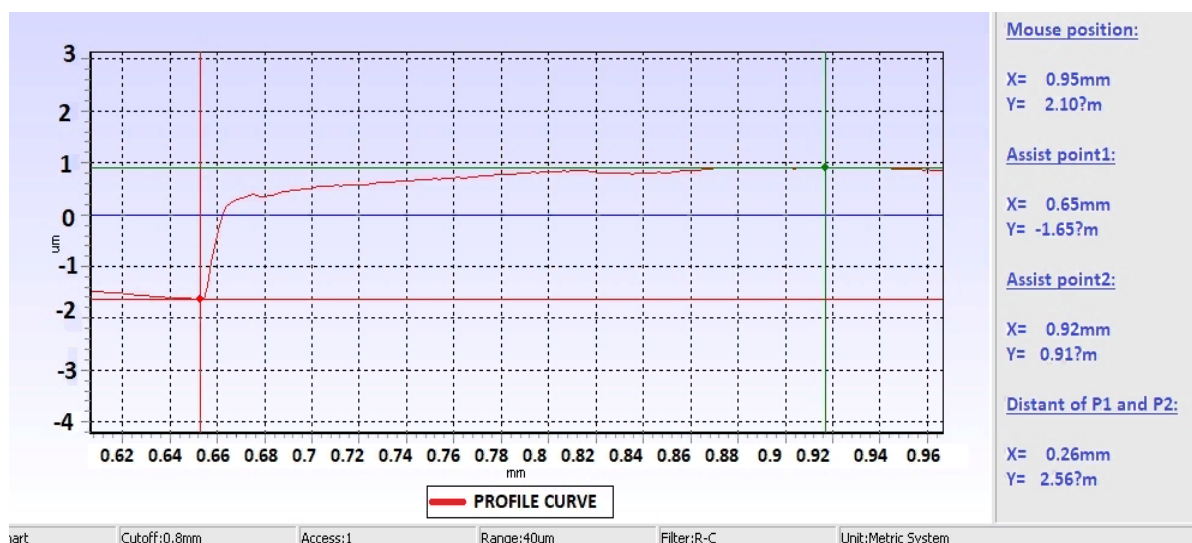


Рисунок 3. График изменения коэффициента трения от времени для образца № 1.

Для контроля толщины покрытий использовался профилометр TR220 (рисунок 4). Прибор позволяет построить изображение реального профиля поверхности, по которому можно определить перепад высот по «ступеньке» (рисунок 5) сформированной за счет использования маски-экрана в процессе нанесения покрытия. Таким образом, перепад высот между уровнями поверхности покрытия и подложки характеризует толщину покрытия, которая была сформирована на образце.



Рисунок 4. Сканирование поверхности образца профилометром TR220

Рисунок 5. Изображение профиля поверхности в программе TR220: перепад высот “подложка-покрытие” на поверхности образца со ступенькой от покрытия MoS<sub>2</sub>

## РЕЗУЛЬТАТЫ И ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполнения работы методом магнетронного нанесения были получены антифрикционные покрытия дисульфида молибдена на кремниевых подложках.

Для образцов покрытий дисульфида молибдена, полученных при режимах нанесения, указанных в таблице 1, были проведены измерения толщины и определены средние значения динамического коэффициента трения по результатам трибометрических испытаний.

Основными, изучаемыми в работе варьируемыми факторами, оказывающими существенное влияние на величину динамического коэффициента трения покрытий, являются температура подложки, которая изменялась в диапазоне от 323 К до 523 К и потенциал смещения на подложке, значение которого составляло или 0 В, или -30 В.

Было установлено снижение коэффициента трения для покрытий, нанесенных на режиме постоянного тока (DC) при стабилизации по току, с использованием нагрева, и без подачи потенциала смещения. Для покрытия, нанесенного при максимальной температуре подложки (523 К) и без потенциала смещения ( $U_{см}=0$  В) наблюдается самое низкое в серии значение коэффициента трения, равное 0.05. Подача потенциала смещения увеличивает значение коэффициент трения в три раза – с 0.05 до 0.17.

По результатам экспериментальных работ было установлено существенное влияние таких параметров технологического процесса магнетронного распыления, как давление рабочего газа (аргона) в вакуумной камере и мощность разряда, на скорость роста тонких пленок MoS<sub>2</sub>.

При увеличении мощности разряда на магнетроне с 25 Вт до 50 Вт, увеличивается скорость роста покрытия с 0.97 мкм/час до 1.452 мкм/час. Для режимов покрытия №3, полученного при мощности 20 Вт, наблюдается наименьшая скорость роста равная 0.58 мкм/час. Уменьшение давления способствует увеличению скорости роста тонких пленок MoS<sub>2</sub>. Так, при снижении рабочего давления с 1 Па до 0.5 Па скорость роста покрытия увеличивается примерно на 30%.

Таблица 2. Результаты измерений характеристик покрытия

Образец №	Температура подложки, К	Потенциал смещения, В	Коэффициент трения	Толщина покрытия, мкм	Скорость роста пленки, мкм/час
1	473	0	0,07	2,56	1,005
2	473	30	0,12	1,46	1,46
3	323	30	0,1	0,342	0,58
4	523	0	0,05	1,51	1,452
5	323	0	0,2	7,88	1,31
6	523	0	0,17	0,97	0,97

Как показали результаты работы, при подаче потенциала смещения -30 В на подложкодержатель с экспериментальным образцом, значение коэффициента трения увеличивается вдвое. Для покрытий, полученных при низкой температуре нагрева подложки (323 К) наблюдаются более высокие значения коэффициента трения (около 0.2). Было установлено, что температура нагрева подложки, рабочее давление и подача потенциала смещения на образец наибольшим образом влияют на величину коэффициента трения. При более высоких значениях мощности (50 Вт и 70 Вт) и при давлении аргона в вакуумной камере 0.09 Па, были достигнуты максимальные значения скорости роста покрытия 1.452 мкм/час и 1.46 мкм/час, соответственно.

### **Литература**

1. IO ITER "Blanket System Analyses FDR Protocol". ITER\_D\_33945Y, vol. 1.0, 2012
2. Zhang, X.; Prakash, B.; Lauwerens, W.; Zhu, X.; He, J.; Celis, J.-P. Low friction MoS<sub>x</sub> coatings resistant to wear in ambient air of low and high humidity. Tribol. Lett. 2003, 14, 131–135.
3. Holmberg K, Matthews A. Coatings tribology: properties, mechanisms, techniques and applications in surface engineering, tribology and interface engineering series no. 56. 2nd ed. The Netherlands: Elsevier, Amsterdam; 2009.
4. S. Domínguez-Meister, T. C. Rojas, M. Brizuela, J. C. Sánchez-López, Solid lubricant behavior of MoS<sub>2</sub> and WSe<sub>2</sub>-based nanocomposite coatings, Science and Technology of Advanced Materials (2017), 18:1, 122-133.
5. T.Spilvins, J.S. Przybyszewski, Deposition of Sputtered molybdenum disulfide films and friction characteristics of such films in vacuum, NASA TN D-4269 (1967).
6. A.Shankara, P.L Menezes.,K.R.Y. Simha, S.V Kailas. Study of solid lubrication with MoS<sub>2</sub> coating in the presence of additives using reciprocating ball-on-flat scratch tester. Sadhana (2008), 33(3), 207–220.