

偏压及测试环境对新型 $\text{MoS}_2 - \text{Ti}$ 复合膜摩擦学性能的影响

秦晓鹏, 柯培玲*, 汪爱英*

(中国科学院宁波材料技术与工程研究所 宁波市海洋防护材料与工程技术重点实验室, 浙江 宁波 315201)

摘要: 采用新型高功率脉冲复合磁控溅射技术制备 $\text{MoS}_2 - \text{Ti}$ 复合膜, 并研究基体偏压和测试环境对复合膜摩擦学性能的影响. 结果表明: 制备的 $\text{MoS}_2 - \text{Ti}$ 复合膜表面呈现颗粒状结构, Ti 在薄膜表层与 O 反应形成氧化物有效抑制 MoS_2 的氧化. 随着基体负偏压从 0 V 增大到 -400 V, 复合膜的 S/Mo 原子比逐渐减小. 在 -300 V 偏压下, 颗粒堆积最为紧密, 薄膜硬度和弹性模量达到最大值, 分别为 9.7 和 137.1 GPa, 并具有最低的平均摩擦系数值 (0.04) 和磨损率 [$10^{-7} \text{ mm}^3 / (\text{N} \cdot \text{m})$]. 多种测试环境下的摩擦研究显示: 在室温大气环境下复合膜的摩擦学性能与其结构的致密性紧密相关, 而在 N_2 以及不同湿度环境下薄膜表现出的优异摩擦学性能则归因于在摩擦过程中有效形成的转移膜贡献.

关键词: 高功率脉冲复合磁控溅射; $\text{MoS}_2 - \text{Ti}$ 复合膜; 基体偏压; 摩擦学性能

中图分类号: TH117.3

文献标志码: A

文章编号: 1004-0595(2013)02-0162-07

Effect of Bias and Test Environments on Tribological Behavior of $\text{MoS}_2 - \text{Ti}$ Composite Coatings

QIN Xiao-peng, KE Pei-ling*, WANG Ai-ying*

(Ningbo Key Laboratory of Marine Protection Materials, Ningbo Institute
of Material Technology & Engineering, Chinese Academy of Sciences, Ningbo 315201, China)

Abstract: The $\text{MoS}_2 - \text{Ti}$ composite coatings were deposited by a new hybrid high power impulse magnetron sputtering. The effect of the substrate bias and the multiple test environments on the tribological performance of the coatings was discussed. The results show that the composite coatings presented the granular surface morphology. The presence of titanium oxides from reaction of Ti with oxygen on the surface inhibited the oxidation of MoS_2 . The atomic ratio of S to Mo decreased with the increase of the substrate negative bias from 0 V to -400 V. The hardness and elastic modulus reached the maximum value at the substrate bias of -300 V, due to the much denser microstructure with the smooth surface. Meanwhile, the composite coatings exhibited the lowest average friction coefficient (0.04) as well as the wear rate [$10^{-7} \text{ mm}^3 / (\text{N} \cdot \text{m})$]. The tribological behaviors under multiple test environments indicate that the microstructure densification of composite coatings played a key role in the lubrication performance in ambient environment, while the excellent tribological property in N_2 and various humidity conditions was greatly attributed to the effective formation of transfer film during friction tests.

Key words: hybrid high power impulse magnetron sputtering, $\text{MoS}_2 - \text{Ti}$ composite coatings, substrate bias, tribology

Received 13 August 2012, revised 21 November 2012, accepted 10 December 2012, available online 28 March 2013.

* Corresponding author. E-mail: kepl@nimte.ac.cn, aywang@nimte.ac.cn, Tel: +86-574-86685036.

The project was supported by the State Key Project of Fundamental Research of China (2013CB632302), National Natural Science Foundation of China (51005226) and Ningbo Municipal Government (2011B1016).

国家重大基础研究计划(2013CB632300)、国家自然科学基金(51005226)和宁波重大攻关项目(2011B1016)资助.

磁控溅射 MoS₂ 薄膜作为一种性能优良的固体润滑材料,由于其承载能力高、摩擦系数低等优点广泛用于空间及真空运动机构和部件等方面^[1-2].但溅射 MoS₂ 薄膜结构疏松、硬度低,在潮湿大气环境中容易被水蒸气、氧侵蚀导致润滑失效^[3],因而限制了其在大气环境中的应用.研究学者^[4-8]通过金属共沉积来改善 MoS₂ 大气环境下的摩擦磨损性能. Teer 等^[6]研究发现,掺杂金属 Ti 能提高 MoS₂ 的抗氧化性和承载能力,使得薄膜的机械特性和摩擦学性能得到很大程度的改善.然而传统的溅射金属大多数以原子状态存在,金属离化率低(约 1%),导致膜基结合力较差,薄膜的致密性及耐湿性不强,在多变大气及不同摩擦环境下致使润滑失效.不同于传统的磁控溅射方法,高功率脉冲磁控溅射(High Power Impulse Magnetron Sputtering, HIPIMS)技术利用较高的脉冲峰值功率和较低的脉冲占空比能够形成高密度等离子体,特别是对于金属靶材能获得高溅射速率和高离化率(约 50%)^[9-12],可用于沉积结构致密、强膜基结合力的高质量薄膜,是目前磁控溅射领域的热门研究方向,但直接利用其改善传统磁控溅射 MoS₂ 薄膜的致密性及多种摩擦环境适应性等方面的研究尚未见报道.

本文采用新型高功率脉冲复合磁控溅射技术制备了 MoS₂-Ti 复合膜,并重点研究了基体偏压和不同摩擦测试环境对该复合膜耐湿性、耐磨减摩性能的影响,同时结合摩擦表面形貌和成分分析,探讨了薄膜的摩擦磨损机理.

1 实验部分

1.1 样品制备

采用新型具有高功率脉冲复合磁控溅射功能的 PVD 真空镀膜机在不同基体偏压下制备 MoS₂-Ti 复合膜.设备腔体内壁安装有两个溅射靶源,其中 Ti 靶连接复合高功率脉冲磁控溅射电源,MoS₂ 化合物靶连接普通直流电源,镀膜仪具体结构示意图见图 1.

基体采用 p(100)单晶硅片,作为薄膜的微观结构及力学性能测试样品,高速钢基片则作为摩擦学性能测试样品.镀膜前,将样品先后在丙酮和乙醇中超声清洗 15 min,烘干,然后装入 PVD 真空镀膜机的四面体工件台上.抽真空至 4.0×10^{-3} Pa 以下,通入 Ar 气,施加基体偏压(-300 V)对样品进行辉光刻蚀 30 min,刻蚀厚度约 5 nm.然后开启高功率脉冲电源溅射沉积 Ti 过渡层(约 150 nm)以提高膜

基结合力.最后,同时开启高功率脉冲电源和直流电源共溅射 Ti 靶、MoS₂ 靶,在不同基体负偏压下(频率 350 kHz,反转时间 1.1 μ s,0 ~ -400 V)沉积 MoS₂-Ti 复合膜(约 700 nm),其中,MoS₂ 靶直流设

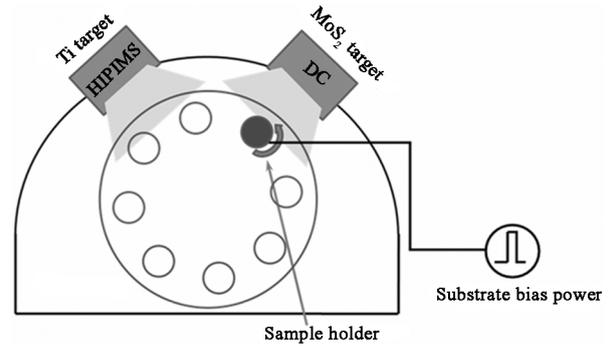


Fig. 1 Schematic diagram of high power impulse hybrid magnetron sputtering system for MoS₂-Ti composite coatings deposition

图 1 新型高功率脉冲复合磁控溅射制备 MoS₂-Ti 复合膜设备示意图

表 1 MoS₂-Ti 复合膜沉积工艺参数

Table 1 Process parameters for MoS ₂ -Ti composite coatings deposition		
Deposition parameters	Ti layer	MoS ₂ -Ti composite coating
Ar/sccm	40	50
Ti target pulse current/A	2.0	1.0
Ti target pulse voltage/V	500	500
Pulse width/ μ s	100	100
Pulse frequency/Hz	100	100
Bias voltage/V	-100	0, -100, -200, -300, -400
Deposition time/min	15	Varies with deposition rates

定为 1.0 A, Ti 靶脉冲电流设定为 1.0 A,具体的工艺参数见表 1.沉积 Ti 过渡层时,样品架在 Ti 靶前自转;沉积 MoS₂-Ti 复合膜时,样品架在 MoS₂ 靶前自转.

1.2 试验方法

采用表面轮廓仪(KLA-Tencor Alpha-Step IQ)测量薄膜厚度和粗糙度;采用扫描电子显微镜(FEI Quanta FEG 250)观察薄膜表面的微观形貌,并借助 EDS 分析薄膜的表面成分信息;借助 X 射线光电子能谱分析仪(Axis Ultra DLD)分析薄膜表面元素价态信息;利用纳米压痕仪(MTS Nano G200)在连续刚度模式下测量薄膜的硬度和弹性模量;采用 JLTB-02 型球盘式(Ball-on-Disc)摩擦磨损试验机表征不同基体偏压下薄膜在室温大气环境下的摩擦磨损性能,并测试了 -300 V 基体偏压

下薄膜在 N_2 、不同相对湿度空气 (30%、50% 和 70%)、去离子水以及液压油 (长城 L-HM 46) 等多测试环境下的摩擦学性能, 摩擦对偶采用 $\phi 6$ mm 的轴承钢球 (SUJ2/GCr15 60HRC), 载荷为 3 N, 线速度为 200 mm/s, 摩擦行程距离为 500 m; 用显微镜、EDS 分析摩擦试验后薄膜和对磨球的磨痕、磨屑表面形貌和成分。

2 结果与讨论

2.1 薄膜的基本特性

不同基体负偏压下制备的 MoS_2 -Ti 复合膜的 SEM 表面形貌如图 2 所示。可以看出, 复合膜的表面呈现颗粒状结构, 随着偏压的增大, 颗粒度及颗粒之间的间隙逐渐减小, 薄膜逐渐致密化, 表面粗糙度 R_a 由 7.5 nm (0 V) 逐渐降至 2.9 nm (-300 V)。当

偏压为 -300 V 时, 薄膜表面呈现平滑紧密的细小圆颗粒结构, 涂层致密度增加。而当偏压进一步增至 -400 V 时, 薄膜表面的颗粒出现长大, 且粗糙度增大到 5.4 nm。

图 3 为不同基体负偏压下制备的 MoS_2 -Ti 复合的 S/Mo 原子比和 Ti 原子百分含量变化曲线。可见增加基体负偏压, 薄膜中的 S/Mo 原子比呈单调减小。在 0 V 时, 薄膜中 S/Mo 原子比为 2, 与 MoS_2 靶材化学配比相同; 当偏压增至 -400 V 时, S/Mo 原子比降至 1.50。这主要是因为随基体偏压增大, 离子轰击作用增强, 薄膜沉积过程中的高能离子轰击导致反溅射作用加强, 对 S 的择优反溅射也相应提高^[13-14], 最终导致薄膜中 S 原子含量降低, S/Mo 原子比减小。薄膜中 Ti 原子百分含量在 12.1% ~ 13.9% 之间, 随基体负偏压增大变化不明显。

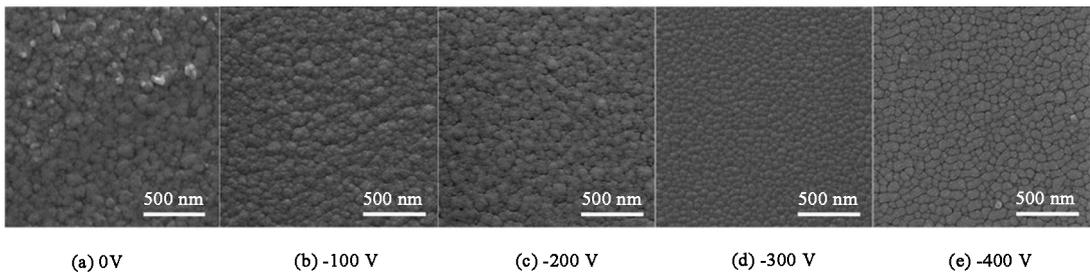


Fig. 2 SEM micrographs of MoS_2 -Ti composite coatings with different bias voltage

图 2 不同偏压下 MoS_2 -Ti 复合膜 SEM 表面形貌

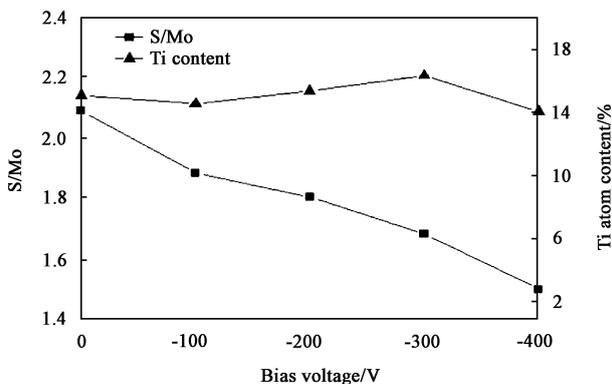


Fig. 3 S/Mo ratio and Ti atom content of MoS_2 -Ti composite coatings with different bias voltage

图 3 不同偏压下 MoS_2 -Ti

复合膜的 S/Mo 原子比和 Ti 原子百分数

图 4 为偏压为 -300 V 时, MoS_2 -Ti 复合膜的 Mo3d、Ti2p 的 XPS 图谱。根据 Mo3d 轨道的 XPS 分析曲线, 可见各样品中的 Mo 元素在 228 和 231 eV 处出现明显的双峰, 表明 Mo 元素的化合价为 +4

价, 以 MoS_2 键态形式存在^[15]。通过 Ti2p 轨道的 XPS 分析曲线可见, 复合膜中不存在单质的 Ti 峰 (453 eV), 根据峰位的结合能可以判断, Ti 在薄膜中可能以 TiO (455.9 eV)、 TiO_2 (458.3 eV) 的形式存在^[15]。因此, 掺杂 Ti 在薄膜表层与 O 反应形成氧化物有效抑制了 MoS_2 的氧化, 使得复合膜在潮湿环境中的抗氧化性能得到提高。

图 5 为不同偏压下制备的 MoS_2 -Ti 复合膜的硬度和弹性模量变化曲线。由图 5 可以看出, 硬度和弹性模量随偏压的增加都呈现先增加后减小趋势。在 0 V 时, 薄膜的硬度和弹性模量分别为 6.1 和 86.0 GPa, 进一步增加偏压至 -300 V 时, 硬度和弹性模量增加至最大值分别为 9.7 和 137.1 GPa, 继续增加偏压至 -400 V, 硬度和弹性模量出现急剧下降, 分别为 6.5 和 91.7 GPa。结合薄膜形貌变化, 基体偏压增大, 离子轰击作用增强, 薄膜致密度提高, 因此导致硬度和弹性模量增加。然而, 在过高偏压下, 高能离子反溅射的程度最强, 粒子轰击下薄膜缺

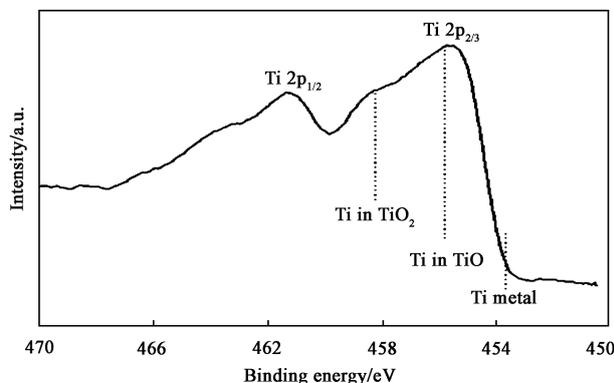
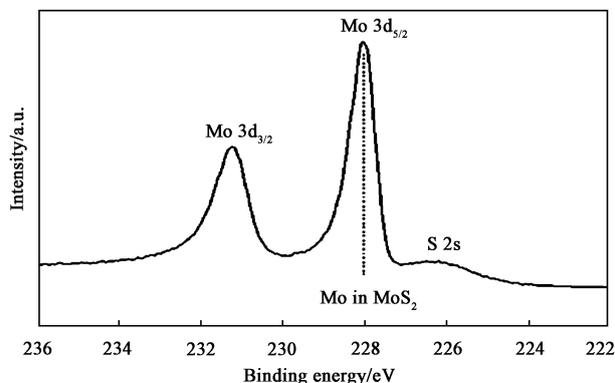


Fig. 4 XPS spectra of the Mo 3d, Ti 2p of MoS_2 -Ti composite coatings with -300 V bias voltage

图4 偏压 -300 V 下 MoS_2 -Ti 复合膜的 Mo 3d、Ti 2p 的 XPS 图谱

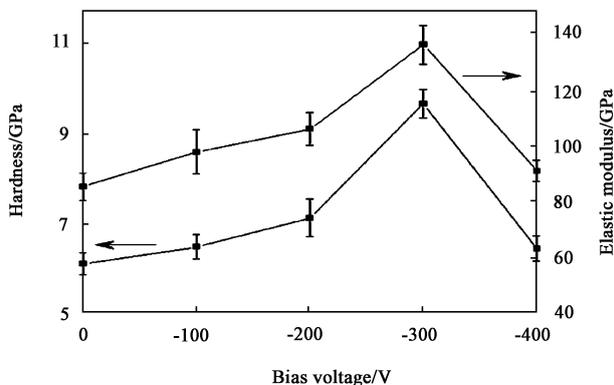


Fig. 5 Hardness and elastic modulus of MoS_2 -Ti composite coatings with different bias voltages

图5 不同偏压下 MoS_2 -Ti 复合膜的硬度和弹性模量变化曲线

陷增多,薄膜表面形成粗大多孔的颗粒结构,致密度下降,进而导致硬度降低^[16-17]。

2.2 薄膜的摩擦学性能

2.2.1 基体负偏压对摩擦学性能的影响

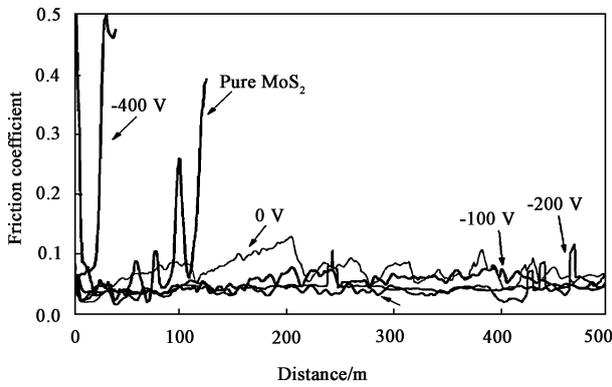
不同偏压下制备复合膜在室温大气环境下同轴轴承钢球对摩时的摩擦动力学曲线如图6(a)所示。可见,纯 MoS_2 薄膜的承载能力差,在摩擦行程不到 80 m时,摩擦系数出现急剧增大,表明涂层被磨穿润滑失效;而不同偏压下制备的 MoS_2 -Ti 复合膜在大气环境中摩擦系数较低,耐磨寿命显著提高,结合 XPS 分析可知,Ti 掺杂能提高薄膜的抗氧化性,可以明显改善纯 MoS_2 在大气环境中的摩擦学性能。另外,可以看出,基体负偏压对 MoS_2 -Ti 复合膜的摩擦磨损性能具有显著的影响。在 $0 \sim -200$ V 偏压下,复合膜的摩擦曲线均出现了较大的波动。在 -300 V 偏压下,复合膜的摩擦曲线波动减小,摩擦系数基本稳定在 0.04 左右。当偏压增大到 -400 V

时,复合膜在摩擦中迅速失效,失去润滑性能。图6(b)给出了在不同偏压下复合膜的平均摩擦系数和磨损率。在 0 V 时,复合膜的平均摩擦系数为 0.08 ,磨损率在 $10^{-6} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 数量级;增加偏压至 -300 V 时,复合膜的平均摩擦系数和磨损率分别降低到 0.04 和 $10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 数量级。结合图5分析认为:在 -300 V 偏压下,薄膜致密度高,硬度和弹性模量最大,显示其抗磨损能力强,具有最低的摩擦系数和磨损率。可见, MoS_2 -Ti 复合膜在大气环境下的摩擦学性能与其结构的致密性密切相关,在摩擦过程中,致密的涂层结构更能有效减少氧和水分对 MoS_2 的侵蚀,进而改善薄膜在大气环境下的适应性。

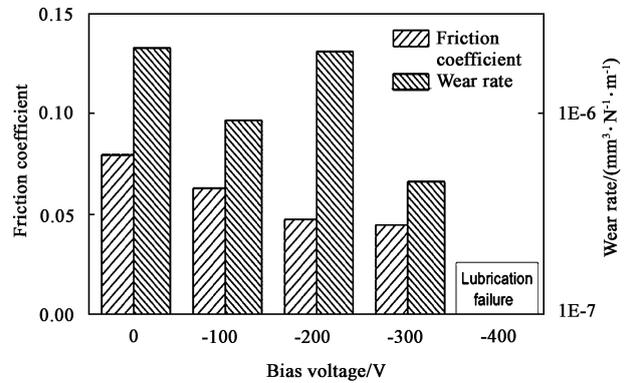
为了进一步阐明复合膜的润滑机理,通过分析 -300 V 偏压下对摩球表面的形貌及成分[见图9(a)],可以看出,对摩球表面覆盖有黏着涂层,而且 EDS 图谱显示涂层中有 Mo、S、Ti 等元素(其中 Fe、C 为对摩球的主要成分)。这说明 MoS_2 -Ti 复合膜和对摩球在摩擦过程中,复合膜材料向对摩球表面逐渐转移并形成了稳定的片层状转移膜,该转移膜的存在避免了复合膜与对摩球的直接摩擦接触^[17-18],有效减小摩擦界面间的剪切力,从而降低了摩擦系数和磨损率,导致薄膜具有优异的摩擦学性能。 $0 \sim -200$ V 偏压下薄膜摩擦系数存在一定波动,推测原因认为:一方面与表面的粗糙度有关,从复合膜表面形貌[见图2(a~c)]可以看出薄膜表面颗粒度不均匀,存在一些较大的颗粒,不平整的表面在摩擦过程中容易产生摩擦系数的波动;另一方面,疏松的结构在薄膜与轴承钢球对摩过程中容易造成转移膜不能稳定存在^[19],从而导致摩擦系数的不稳定。

2.2.2 测试环境对摩擦学性能的影响

为了进一步研究 MoS_2 -Ti 复合膜的摩擦学行



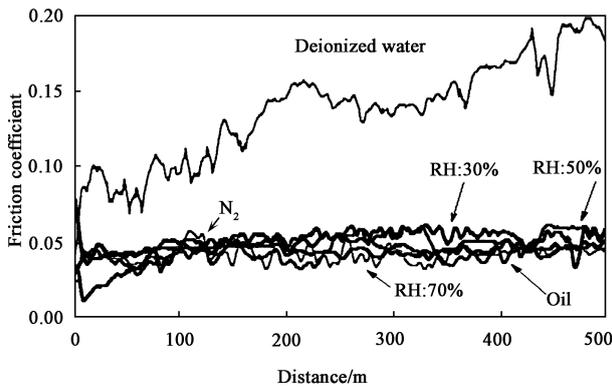
(a) Frictional traces



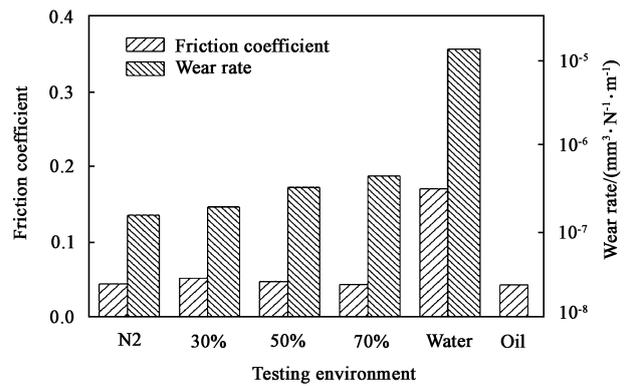
(b) Average friction coefficient and wear rate

Fig. 6 Frictional traces and average friction coefficient and wear rate of MoS_2 -Ti composite coatings with different bias voltages in ambient air

图6 不同偏压下 MoS_2 -Ti 复合膜大气环境摩擦动力学曲线以及平均摩擦系数和磨损率



(a) Frictional traces



(b) Average friction coefficient and wear rate

Fig. 7 Frictional traces and average friction coefficient and wear rate of MoS_2 -Ti composite coating (with bias voltage at -300 V) under different testing atmosphere

图7 不同测试环境下 MoS_2 -Ti 复合膜(偏压 -300 V)的摩擦动力学曲线以及平均摩擦系数和磨损率

为,图7(a)给出了 -300 V 偏压下制备的 MoS_2 -Ti 复合膜在 N_2 、不同相对湿度空气(30%、50%和70%)、去离子水以及液压油等测试环境下的摩擦动力学曲线.可以看出:在 N_2 、30%、50%和70%相对湿度空气以及液压油测试环境下,薄膜的摩擦曲线基本稳定且变化不大;在去离子水环境下,摩擦系数高达0.15且摩擦曲线不稳定.结合不同测试环境下 MoS_2 -Ti 复合膜的平均摩擦系数和磨损率,如图7(b)所示,可知薄膜在 N_2 、30%、50%和70%相对湿度空气以及液压油环境下均表现出优异的减摩耐磨损特性,摩擦系数基本稳定在 $0.04 \sim 0.05$,磨损率处于 $10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 数量级,其中,在液压油测试环境下薄膜的磨痕基本观测不到,磨损量极其微小.在去离子水环境下,薄膜磨损加剧,磨损率增至 $10^{-5} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 数量级.

不同测试环境下摩擦对偶轴承钢球表面和磨痕形貌如图8所示. N_2 、30%、50%和70%相对湿度空气环境下,钢球表面的磨斑周围均被转移润滑膜所覆盖.在化学惰性 N_2 气氛下,抑制了摩擦化学反应的发生,使得薄膜不受氧气的侵蚀,对转移膜起到了保护作用,因此获得了较低的磨损率.在不同湿度的大气环境中,从磨痕形貌可以看出,随着湿度的增大,磨痕变宽,且磨痕两侧的磨屑逐渐增多;但是复合膜结构致密,承载能力强,不易被氧化磨穿,在潮湿大气下具有良好的耐磨性.在去离子水中,钢球表面出现严重磨损.由图9可知,对摩擦球表面只有很少量的 Mo、S 存在,没有形成复合膜转移膜,表明薄膜在摩擦过程中受到水的侵蚀作用,磨损加剧.这是由于 MoS_2 在水的浸泡下与氧气发生化学反应生成 MoO_3 和 H_2SO_4 ^[3],强酸性物质 H_2SO_4 会腐蚀高速

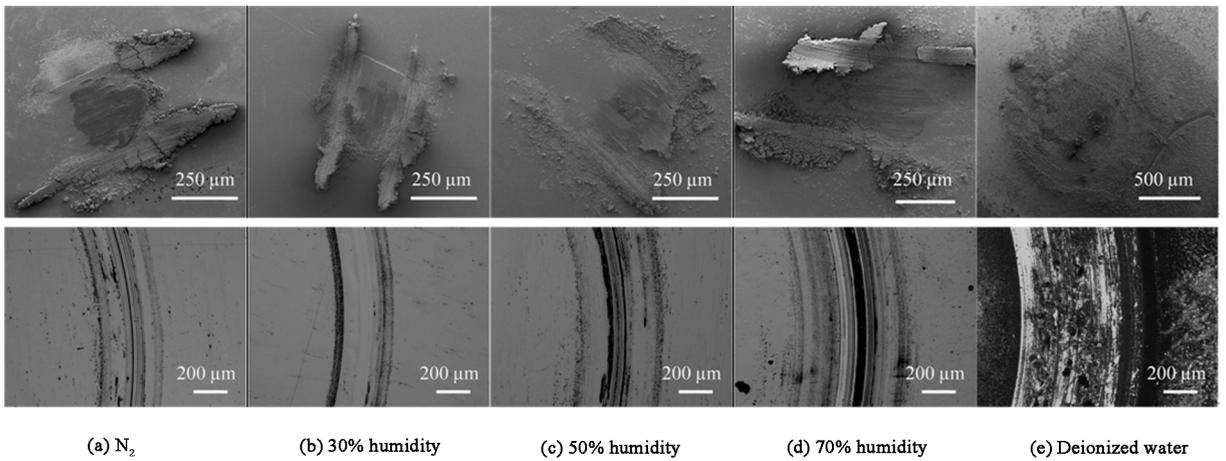


Fig. 8 SEM micrographs of counter ball (upper) and wear scar (lower) under different testing atmosphere
图8 不同测试环境下对摩擦球表面形貌照片(上)和磨痕形貌照片(下)

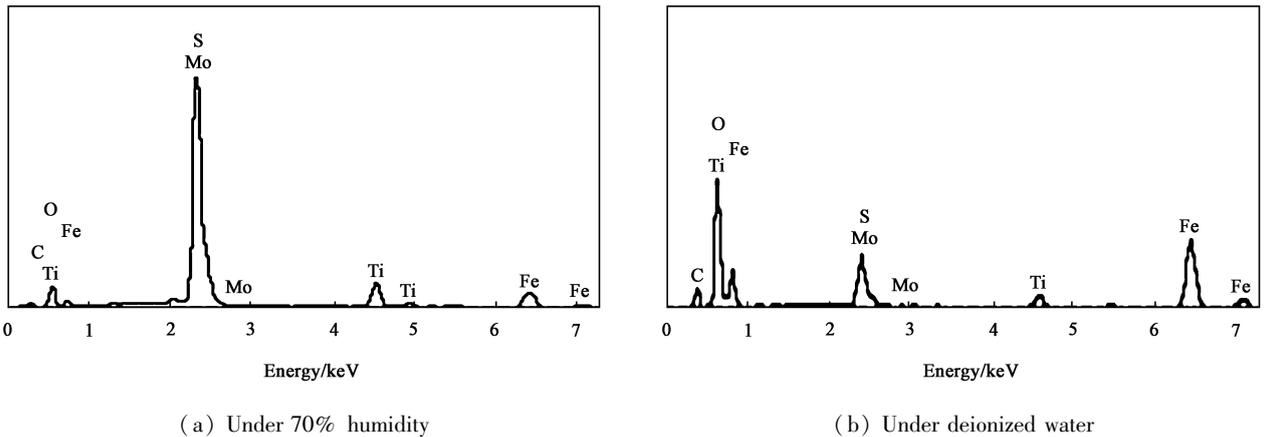


Fig. 9 EDS spectra of wear scars of counter ball under 70% humidity and deionized water
图9 相对湿度70%和去离子水环境下对摩擦球表面的EDS图谱

钢基体,产生较为严重的磨损.在液压油环境下,复合膜摩擦学性能的提高是由于固体薄膜和润滑油复合润滑的结果:一方面由于液压油的存在阻断了摩擦界面与周围空气的接触,避免了氧和水蒸气对复合膜的侵蚀,另一方面,在复合膜的承载作用下,液压油作为一种润滑介质使得摩擦界面始终处于连续有效的边界润滑状态^[20],因此在液压油环境下薄膜发生轻微的磨损.

综上所述,采用新型高功率脉冲复合磁控溅射技术制备的 MoS_2 -Ti 复合膜在 N_2 、30%、50%、70% 相对湿度空气以及液压油环境下表现出良好的环境适应性.这是由于通过优化基体偏压,可以获得高质量致密结构薄膜,进而有效抑制了氧和水蒸气对薄膜的侵蚀;此外,在不同测试环境下,摩擦界面上形成的稳定转移膜赋予了薄膜优异的

减摩润滑特性.

3 结论

a. 采用新型高功率脉冲复合磁控溅射技术,在不同基体偏压下制备了 MoS_2 -Ti 复合膜,薄膜表面呈颗粒状结构,Ti 在薄膜表层与 O 反应形成氧化物有效抑制 MoS_2 的氧化;在 -300 V 偏压下,圆颗粒堆积最为紧密,结构致密性最强,薄膜硬度和弹性模量达最大值;复合膜中 S/Mo 原子比随着偏压的增大而减小.

b. 复合膜在大气环境下的摩擦学性能与其结构致密性相关,在 -300 V 偏压下制备的复合膜具有最低的磨损率 [$10^{-7}\text{ mm}^3/(\text{N}\cdot\text{m})$] 和平均摩擦系数(0.04),偏压过高复合膜耐磨寿命迅速降低导致润滑失效.

c. 复合膜在多测试环境下表现出优异的环境适应性, 归因于摩擦过程所形成的转移润滑膜。

参考文献:

- [1] Spalvins T. Deposition of MoS₂ films by physical sputtering and their lubrication properties in vacuum [J]. *Asle Transactions*, 1969, 12(1): 36 - 43.
- [2] Donnet C, Erdemir A. Solid lubricant coatings: recent developments and future trends [J]. *Tribology Letters*, 2004, 17(3): 389 - 397.
- [3] Wang J A, Yu D Y, Ouyang J L. Study on the mechanism of lubrication degradation and failure of MoS₂ sputtered films stored in the moist air [J]. *Tribology*, 1994, 14(1): 25 - 32 (in Chinese) [王均安, 于德洋, 欧阳锦林. 二硫化钼溅射膜在潮湿空气中贮存后润滑性能的退化与失效机理 [J]. *摩擦学学报*, 1994, 14(1): 25 - 32].
- [4] Lince J R, Hilton M R, Bommannavar A S. Metal incorporation in sputter - deposited MoS₂ films studied by extended X - ray - absorption fine - structure [J]. *Journal of Materials Research*, 1995, 10(8): 2 091 - 2 105.
- [5] Simmonds M C, Savan A, Pflüger E, *et al.* Mechanical and tribological performance of MoS₂ co - sputtered composites [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2000, 126: 15 - 24.
- [6] Renevier N M, Fox V C, Teer D G, *et al.* Coating characteristics and tribological properties of sputter - deposited MoS₂/metal composite coatings deposited by closed field unbalanced magnetron sputter ion plating [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2000, 127(1): 24 - 37.
- [7] Nainaparampil J J, Phani A R, Krzanowski J E, *et al.* Pulsed laser - ablated MoS₂ - Al films: friction and wear in humid conditions [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2004, 187(2 - 3): 326 - 335.
- [8] Wang X, Xing Y, Ma S, *et al.* Microstructure and mechanical properties of MoS₂/titanium composite coatings with different titanium content [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2007, 201(9 - 11): 5 290 - 5 293.
- [9] Kouznetsov V, Macak K, Schneider J M, *et al.* A novel pulsed magnetron sputter technique utilizing very high target power densities [J]. *Surface and Coatings Technology*, 1999, 122(2 - 3): 290 - 293.
- [10] Bohlmark J, Alami J, Christou C, *et al.* Ionization of sputtered metals in high power pulsed magnetron sputtering [J]. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 2005, 23(1): 18 - 22.
- [11] Wu Z Z, Zhu Z T, Gong C Z, *et al.* Development of high - power pulse magnetron sputtering technology [J]. *Vacuum*, 2009, 46(3): 18 - 22 (in Chinese) [吴忠振, 朱宗涛, 巩春志, 等. 高功率脉冲磁控溅射技术的发展与研究 [J]. *真空*, 2009, 46(3): 18 - 22].
- [12] Sarakinos K, Alami J, Konstantinidis S. High power pulsed magnetron sputtering: A review on scientific and engineering state of the art [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2010, 204(11): 1 661 - 1 684.
- [13] Bülbül F, Efeolu, Arslan E. The effect of bias voltage and working pressure on S/Mo ratio at MoS₂ - Ti composite films [J]. *Applied Surface Science*, 2007, 253(9): 4 415 - 4 419.
- [14] Zheng J, Zhou H, Wen Q P, *et al.* Influence of substrate bias voltage on the structure and performance MoS₂ - Ti coatings deposited by unbalanced magnetron sputtering [J]. *Lubrication Engineering*, 2010, 35(4): 28 - 32 (in Chinese) [郑军, 周晖, 温庆平, 等. 工件台偏压对非平衡磁控溅射沉积 MoS₂ - Ti 薄膜的结构与性能影响 [J]. *润滑与密封*, 2010, 35(4): 28 - 32].
- [15] NIST X - ray photoelectron spectroscopy database, Version 3.3, National Institute of Standards and Technology, USA.
- [16] Kim S K, Cha B C. Deposition of CrN - MoS₂ thin films by D. C. magnetron sputtering [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2004, 188 - 189: 174 - 178.
- [17] Ding X Z, Zeng X T, He X Y, *et al.* Tribological properties of Cr - and Ti - doped MoS₂ composite coatings under different humidity atmosphere [J]. *Surface and Coatings Technology*, 2010, 205(1): 224 - 231.
- [18] Gangopadhyay S, Acharya R, Chattopadhyay A K, *et al.* Effect of substrate bias voltage on structural and mechanical properties of pulsed DC magnetron sputtered TiN - MoS₂ composite coatings [J]. *Vacuum*, 2010, 84(6): 843 - 850.
- [19] Zhang B T, Dai W, Ke P L, *et al.* Effect of bias and environment on the tribological behavior of diamond - like carbon films by linear ion source [J]. *Tribology*, 2011, 31(5): 510 - 514 (in Chinese) [赵博通, 代伟, 柯培玲, 等. 偏压及测试环境对离子束 DLC 膜摩擦学行为的影响 [J]. *摩擦学学报*, 2011, 31(5): 510 - 514].
- [20] Hao J Y, Weng L J, Sun J Y, *et al.* Solid lubricating film / oil or grease complex system I: tribological properties of MoS₂ film at dry sliding and coated with trifluorinated - butyl with methyl terminated silicon oil or the related grease formulated with power of PTFE [J]. *Tribology*, 2010, 30(2): 105 - 110 (in Chinese) [郝俊英, 翁立军, 孙嘉奕, 等. 固体 - 油脂复合润滑 I: 二硫化钼膜在干摩擦及空间用油脂润滑下的摩擦学性能 [J]. *摩擦学学报*, 2010, 30(2): 105 - 110].