

DOI: [10.16078/j.tribology.2018.01.007](https://doi.org/10.16078/j.tribology.2018.01.007)

载荷对 MoS_2/C 复合薄膜摩擦学行为的影响

蔡胜¹, 郭鹏¹, 左潇¹, 张栋¹, 智理², 柯培玲^{1*}, 汪爱英¹

(1. 中国科学院宁波材料技术与工程研究所 中国科学院海洋新材料与应用技术重点实验室浙江省海洋材料与防护技术重点实验室, 浙江 宁波 315201;
2. 宁波中骏森驰汽车零部件股份有限公司, 浙江 宁波 315324)

摘要: 采用直流磁控溅射与高功率磁脉冲磁控溅射制备了以Ti为过渡层的 MoS_2/C 复合薄膜, 并对其结构、组分、力学性能以及摩擦学行为进行了研究。摩擦测试结果表明: 载荷增加时, 摩擦系数与磨损率呈规律性降低趋势; 通过赫兹接触模型对平均摩擦系数进行分析拟合, 发现载荷的变化带来赫兹接触面积与接触压强的不同, 导致了摩擦系数的变化; 通过对摩擦产物的拉曼光谱分析发现不同载荷对非晶碳石墨化程度影响不明显; 借助透射电子显微镜对转移膜的微结构进行分析, 发现转移膜主要是排列有序且基面平行于滑移界面的 MoS_2 层, 使其在较高载荷下仍具有低的剪切强度, 因而获得低的摩擦系数。进一步采用同一磨球、磨痕体系从高载荷到低载荷变化的连续摩擦验证式试验, 可以得出, MoS_2/C 复合薄膜在所有高载荷条件下获得低摩擦系数, 赫兹接触起着主导作用。

关键词: MoS_2/C 复合薄膜; 载荷; 赫兹接触; 摩擦产物

中图分类号: TH117.3

文献标志码: A

文章编号: 1004-0595(2018)01-0051-08

Effect of Load on Tribological Behavior of MoS_2/C Composite Films

CAI Sheng¹, GUO Peng¹, ZUO Xiao¹, ZHANG Dong¹, ZHI Li², KE Peiling^{1*}, WANG Aiyong¹

(1. Key Laboratory of Marine Materials and Related Technologies, Zhejiang Key Laboratory of Marine Materials and Protective Technologies, Ningbo Institute of Materials Technology and Engineering, Chinese Academy of Sciences, Zhejiang Ningbo 315201, China

2. Ningbo Gensen Auto Parts Inc, Zhejiang Ningbo 315324, China)

Abstract: MoS_2/C composite films with Ti interlayer were prepared by direct current magnetron sputtering and high power impulse magnetron sputtering, and the structure, composition and mechanical properties were characterized. The tribological tests were carried out on a ball-on-disc tribometer, and results show that the friction coefficient and the wear rate decreased regularly with an increasing load. The average friction coefficient was analyzed and fitted by Hertzian contact model, combined with the wear tracks and wear scars observed by scanning electron microscopy. It is found that the change in load resulted in a difference of the Hertzian contact area and the Hertzian contact pressure, which led to the change of the friction coefficient. Wear products detected by Raman spectroscopy showed that different loads did not cause the different graphitization degree of amorphous carbon. Microstructure of the transfer film analyzed by

Received 27 June 2017, revised 21 August 2017, accepted 7 September 2017, available online 28 January 2018.

*Corresponding author. E-mail: kepl@nimte.ac.cn, Tel: +86-574-86694790.

The project was supported by the National Natural Science Foundation of China (51375475), Public Projects of Zhejiang Province (2016C31121), Ningbo Municipal Key Technologies R & D Program (2017B10042) and Cixi Municipal Key Technologies R & D Program (2015A07).

资助项目国家自然科学基金项目(51375475), 浙江省公益项目(2016C31121), 宁波市工业重点攻关项目(2017B10042)和慈溪工业科技计划项目(2015A07)资助。

transmission electron microscopy showed that the transfer film was finely-aligned MoS₂ with basal plane in parallel to the shearing direction, which had a lower shear strength at higher loads and thus resulted in a low coefficient of friction. Based on the results of the experimental verification with the loads varied from high to low in the same tribological conditions, it can be concluded Hertzian contact accounted for a low coefficient of friction at high loads.

Key words: MoS₂/C composite films; load; Hertzian contact; wear products

过渡金属硫化物(TMDs)因其易剪切的层状结构而被广泛用作固体润滑材料,尤其在真空或者空间领域,采用溅射方法制备的MoS₂固体润滑薄膜更是具有较低的摩擦系数,受到广泛关注^[1-2].但是在潮湿的空气中,水和氧气会对MoS₂固体润滑薄膜造成侵蚀,导致润滑性能降低;而单一的固体润滑薄膜通常呈柱状生长,结构疏松多孔,力学性能差.这种结构既造成了薄膜承载能力低,又加剧了潮湿空气中水和氧气对薄膜的侵蚀,最终导致MoS₂固体润滑薄膜在潮湿空气中较差的润滑性能^[3-4].因此,提高MoS₂固体润滑薄膜在潮湿环境下的抗氧化性和耐湿性,突破纯MoS₂薄膜主要用于真空环境下的限制,发展具有多环境适应性的固体润滑薄膜显得尤为必要.采用多元复合、掺杂,结合制备方法和工艺调控,是目前解决这一问题的主要方法.主要包括:(1)掺杂软金属:采用Ti、Au、Pb和Al等^[5-9]掺杂MoS₂,一方面改善了MoS₂固体薄膜的结构,另一方面通过这些金属的优先氧化,抑制了MoS₂的氧化;(2)掺杂金属氧化物,例如ZnO、Sb₂O₃和PbO^[10-12]等化合物掺杂MoS₂,一定程度降低了MoS₂的结晶度,但是这些氧化物本身可能不利于摩擦,所以这种设计效果较差;(3)与非金属元素复合,主要包括C、N元素^[13-17].尤其随着非晶碳膜(a-C)研究的不断深入,研究者利用非晶碳在潮湿环境下具有良好的润滑性能,以改善MoS₂固体润滑薄膜在潮湿环境的润滑性能.大量的研究表明,这种方案设计出的MoS₂/C复合薄膜结构相对致密,力学性能得到很大提升,在潮湿环境下薄膜摩擦学性能优异. MoS₂/C复合薄膜中C含量对复合薄膜摩擦学性能影响尤为明显,除此之外,外界条件例如载荷、对摩副材料和温度等^[18-21]因素都会影响薄膜最终的摩擦学性能.

本文作者采用直流磁控溅射及高功率脉冲磁控溅射制备了MoS₂/C复合薄膜,并对复合薄膜在不同载荷条件下的摩擦学行为及其机理进行了分析,其研究可为大气条件下高承载润滑薄膜的设计制备提供指导.

1 试验部分

1.1 MoS₂/C复合薄膜的制备

采用直流磁控溅射技术和复合高功率磁控溅射技术在P型Si(100)基底和镜面抛光的高速钢基底上沉积MoS₂/C复合薄膜,具体信息可参考文献[22].基于前期不同含量MoS₂/C复合薄膜摩擦特性的系统研究,本文中采用最佳工艺如下:沉积之前将基底放置于无水乙醇中超声清洗20 min,再用氮气吹干,然后用双面导电胶粘贴在基架上.本底真空抽至4.0×10⁻³ Pa以下,向腔体中通入80 sccm (标准下毫升每分钟)的氩气,腔体压力设置为1.7 Pa,施加-350 V的基底偏压,辉光刻蚀基底20 min,去除表层氧化物及杂质等.刻蚀完成后再将氩气流量设置为50 sccm,气压0.27 Pa,基底偏压为-200 V.将基架旋转至高功率溅射源前,基架自转,沉积Ti过渡层,时间为15 min. Ti过渡层沉积完成之后,再将基架转至直流磁控溅射源前,基架保持自转,共溅射沉积MoS₂/C/Ti过渡层.氩气流量、气压、基底偏压不变,直流设定为1.0 A,同时高功率溅射部分继续,此过程持续5 min;过渡层沉积完成之后,关闭高功率溅射电源,使用直流溅射源溅射MoS₂/C复合靶,电流为1.0 A,其中复合靶是由8片2.5 cm×2.5 cm MoS₂片均匀地贴在石墨靶材上的磁控跑道位置处.具体的试验参数列于表1中.

1.2 MoS₂/C复合薄膜的摩擦学行为测试

采用球盘式摩擦磨损试验机对复合薄膜的摩擦学行为进行测试,测试环境温度为室温,湿度RH为

表 1 MoS₂/C复合薄膜沉积工艺参数
Table 1 Deposition process parameters of MoS₂/C composite film

Procedure	Ar flow/sccm	Bias/V	Parameters of HiPIMS	Time/min
Etching	80	-350		20
Ti Layer	50	-200	DC: 1 A, PW: 200 μs PV: 750 V, PF: 100 Hz	20
MoS ₂ /C/Ti	50	-200	DC: 1 A, PW: 200 μs PV: 750 V, PF: 100 Hz	5
MoS ₂ /C	50	-200	DC: 1 A	180

40%, 对摩时磨球在样品平面上作圆周运动. 对磨球采用 $\varnothing 6$ mm的GCr-15轴承钢球, 滑动速度为50 mm/s, 划痕半径为4 mm, 载荷分别取值5、10、15、20和25 N. 磨损率计算采用Archard公式: $K=V/(L\times N)$, 式中 K 为磨损率, V 为磨损体积, L 为滑动总长度, N 为载荷. 通过表面轮廓仪多次测得磨痕轮廓来计算磨损体积. 本试验中, 轴承钢球的弹性模量为200 GPa, 泊松比为0.2, 高速钢基底的弹性模量为220 GPa, 泊松比为0.25.

1.3 MoS₂/C复合薄膜及摩擦产物的组分及结构表征

采用波长532 nm的显微激光共聚焦拉曼光谱仪(Renishaw inVia Reflex)表征复合薄膜及磨损界面的结构及组分, 激光功率1.2 mW, 曝光时间10 s; 借助场发射扫描电子显微镜(FEI QUANTA 250 FEG)对薄膜表面及磨损界面形貌进行分析, 并用EDS对薄膜元素进行定量分析; 利用纳米压痕仪(MTS NANO G200), 以连续刚度法对复合薄膜硬度及弹性模量进行测量与计算; 使用聚焦离子束(Carl Zeiss Auriga)对10 N载

荷下的转移膜进行TEM制样; 采用透射电子显微镜(FEI Tecnai F20)对转移膜的微结构进行表征.

2 结果与讨论

2.1 薄膜的微观形貌、组分及其力学性能

图1所示为复合薄膜的断面形貌(SEM)照片, 相比于纯MoS₂薄膜断面的柱状结构^[17], MoS₂/C复合薄膜柱状生长明显被打断, 薄膜相对致密. 从基底到薄膜依次为Ti过渡层、MoS₂/C/Ti过渡层、MoS₂/C薄膜, 厚度分别为0.15、0.050和1.3 μm . 表2所列复合薄膜的组分及其力学性能数据. 在此复合薄膜中, C原子分数大约为44.73%, S和Mo的原子分数总量大约为51.04%, 而S/Mo比为1.45, 比理想的化学计量比低, 可能是因为沉积过程中S被等离子体轰击而流失. 此外, 薄膜中还存在少量的O元素, 前期研究已证明O不是以MoO_x存在^[22], 可能是固溶在薄膜中或者吸附在测量样品的表面. 纳米压痕测得薄膜的硬度与弹性模量

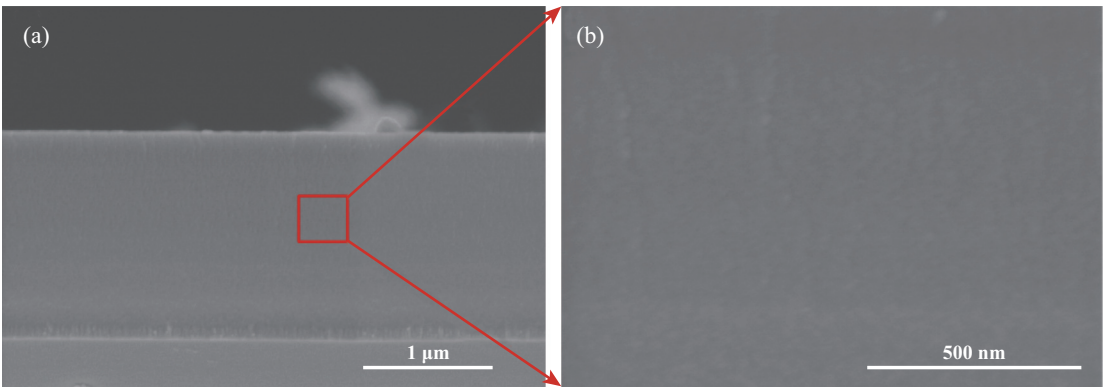


Fig. 1 Cross-section SEM images of MoS₂/C composite film

图 1 MoS₂/C复合薄膜断面形貌的SEM照片

表 2 MoS₂/C复合薄膜的组分及其力学性能

Table 2 The composition and mechanical properties of MoS₂/C composite film

Sample	Atomic fraction/%				S/Mo ratio	Elastic Modulus/GPa	Hardness/GPa	Thickness/ μm
	C	Mo	S	O				
MoS ₂ /C	44.73	20.81	30.23	3.43	1.45	82.3	7.0	1.5

分别为7.0和82.3 GPa, 这相比纯MoS₂薄膜得到了很大提升^[17], 良好的力学性能与其致密的结构密不可分.

图2所示为MoS₂/C复合薄膜的拉曼光谱图. 在380 cm⁻¹和410 cm⁻¹处并没有出现强的MoS₂特征峰^[23], 说明复合薄膜中MoS₂主要以无序的非晶态存在, 这与之前的TEM结果相符^[22]. 在1 000 cm⁻¹到2 000 cm⁻¹处出现了典型的非晶碳峰, 说明复合薄膜中C主要以非晶碳相存在. 非晶碳相本身具有较好的机械性能, 这种相的

存在导致MoS₂/C复合薄膜比纯MoS₂薄膜力学性能有很大提升. 通过高斯分峰拟合发现, D峰和G峰分别位于1 382 cm⁻¹和1 540 cm⁻¹处, 并且 I_D/I_G 值为1.612, 表明复合薄膜中含有较多的类石墨相sp² C原子^[24], 这种类石墨相在潮湿环境下具有良好的润滑性能.

2.2 不同载荷下MoS₂/C复合薄膜的摩擦学行为

如图3(a)所示为复合薄膜在不同载荷下的摩擦曲线. 经过短暂的磨合阶段, 摩擦系数得到一定的降低,

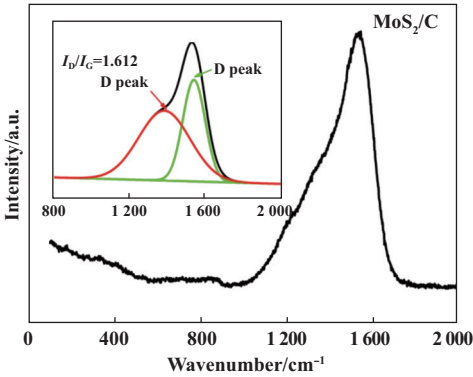


Fig. 2 Raman spectrum of MoS₂/C composite film

图 2 MoS₂/C 复合薄膜的拉曼光谱

但是由于线速度比较低,又经过大约 8 min(滑动距离 24 m),摩擦系数达到较稳定值.当载荷为 5 N 时,摩擦系数较高且波动较大;当载荷增加到 10 N 时,摩擦系数降低,且降低的幅度较大;随后,载荷继续增加至 25 N,摩擦系数继续降低,但幅度较小.图 3(b)所示为复合薄膜的平均磨损率,随着载荷增加到 20 N,磨损率逐渐降低;载荷继续增至 25 N 时,磨损率变化较小.

图 4 所示为复合薄膜在不同载荷条件下的磨斑形

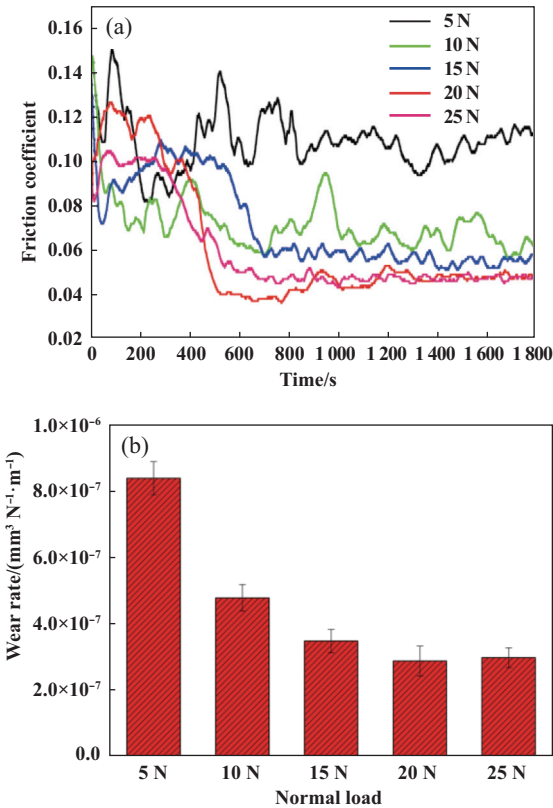


Fig. 3 (a) Friction curve and (b) average wear rates of MoS₂/C composite film under different loads
图 3 MoS₂/C 复合薄膜在不同载荷下的 (a) 摩擦曲线和 (b) 平均磨损率

貌的 SEM 照片.在不同载荷条件下,磨痕周围都分布着白色磨屑,而且随着载荷增加,周围磨屑增多,这反映了材料的实际磨损量也增加了.载荷为 25 N 时,磨痕出现了明显的块状摩擦膜,说明载荷增加更加有利于摩擦膜的形成,而摩擦膜的形成对于降低磨损是有利的.此外,磨痕宽度随着载荷的增加而增加,表明磨球与复合薄膜的实际接触面积相应增大.随着载荷增加,薄膜的实际磨损体积也是增加的,但是根据 Archard 磨损率计算公式,磨损率有降低趋势.图 5 所示为不同载荷下磨斑的形貌,可以看到不同载荷下磨斑处均出现明显转移膜,周围存在大量磨屑.对于 MoS₂ 基固体润滑薄膜,这种转移膜非常常见,且存在于磨损界面,是减摩耐磨的关键因素.此外,随着载荷增加,磨斑面积也增加,这与磨痕的宽度随着载荷变化趋势一致.磨痕和磨斑的形貌变化均从宏观上说明,随着载荷增加,对磨球与薄膜之间的接触面积增加.

2.3 不同载荷下 MoS₂/C 复合薄膜摩擦学行为的机理解释

对于 MoS₂ 基固体润滑薄膜,通常采用“赫兹接触模型”来解释摩擦系数随着载荷的增加而降低^[25].对于光滑弹性钢球与光滑平面的接触,在弹性范围内,摩擦系数与接触应力的关系通过方程(1)描述.

$$\mu = \frac{S_0}{P} + \alpha \tag{1}$$

式中: μ 为平均摩擦系数, S_0 为摩擦界面剪切强度, P 为接触压强, α 为与材料特性相关的常数.方程(1)表明摩擦系数与赫兹接触压强的倒数成线性关系.

在方程(1)的基础上,引入赫兹接触模型来计算接触压强,得到平均摩擦系数与载荷之间的关系,如方程(2)所示.

$$\mu = S_0 \left(\frac{3R}{4E} \right)^{\frac{2}{3}} W^{-\frac{1}{3}} + \alpha \tag{2}$$

式中: R 为钢球半径, W 为法向载荷, E 为约化弹性模量,可由方程(3)给出,

$$\frac{1}{E} = \frac{1 - \nu_1^2}{E_1} + \frac{1 - \nu_2^2}{E_2} \tag{3}$$

其中: E_1 、 E_2 分别为球与基底的弹性模量, ν_1 、 ν_2 分别为球与基底的泊松比.方程(2)表明平均摩擦系数与 $W^{-\frac{1}{3}}$ 成正比关系.

为了探究“赫兹接触模型”的适用性,分别对平均摩擦系数与载荷的关系、平均摩擦系数与赫兹接触压强倒数的关系进行了拟合.如图 6 所示为复合薄膜平均摩擦系数随着载荷的变化及其拟合曲线.当令拟合

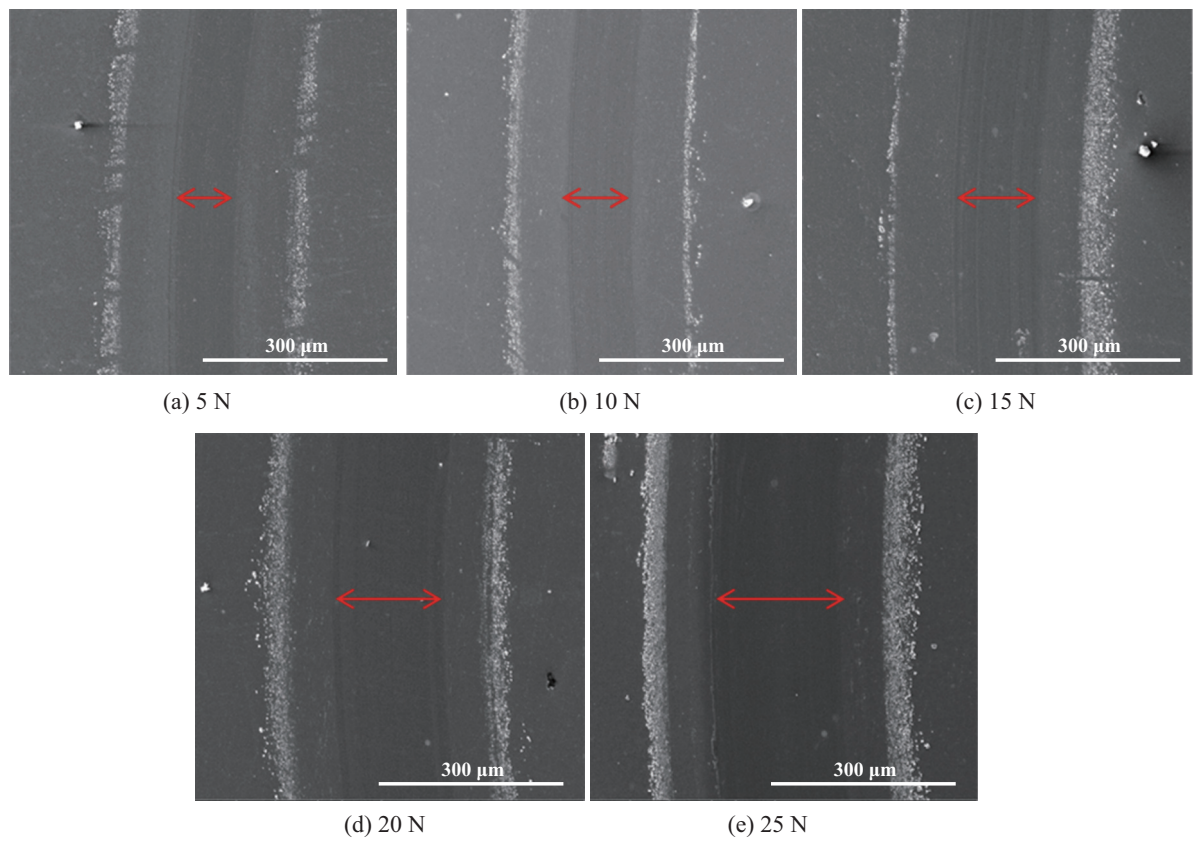


Fig. 4 SEM micrographs of the wear tracks under different loads
图 4 MoS₂/C复合薄膜在不同载荷下磨痕形貌的SEM照片

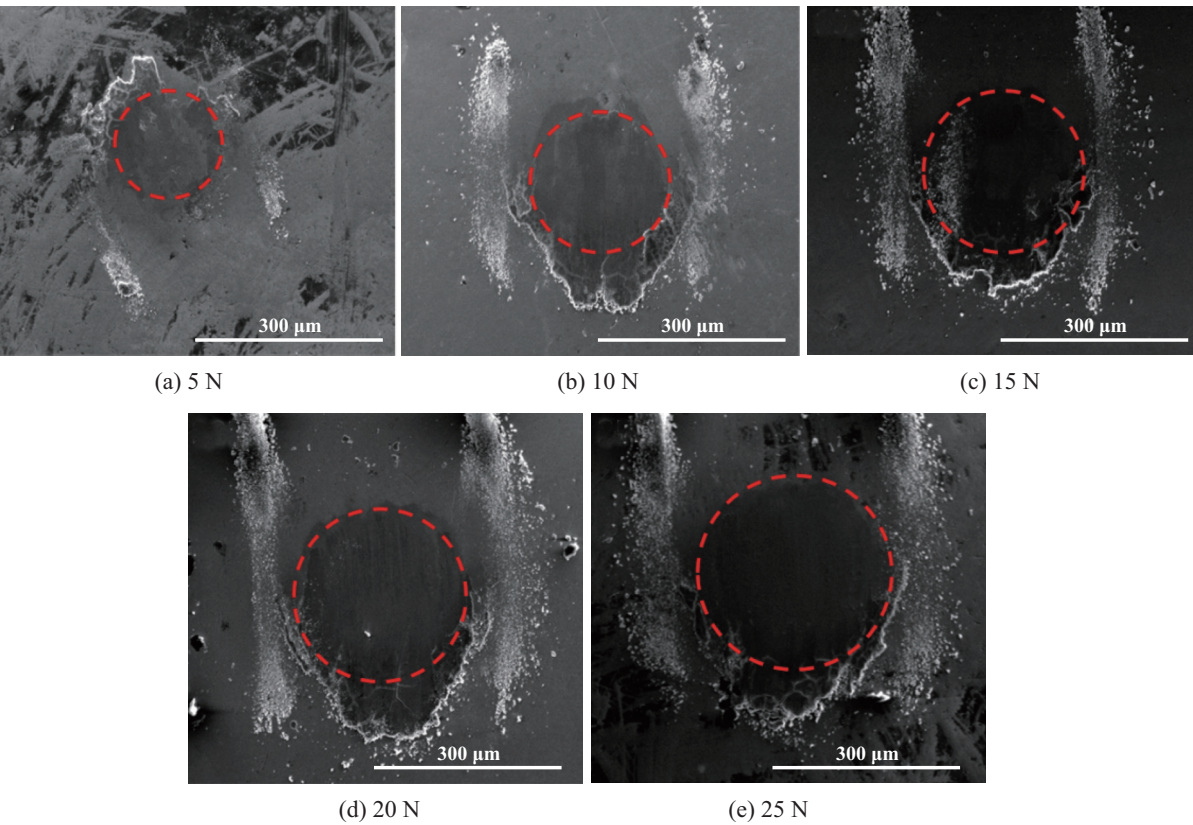


Fig. 5 SEM micrographs of the wear scars under different loads
图 5 MoS₂/C复合薄膜在不同载荷下磨斑形貌的SEM照片

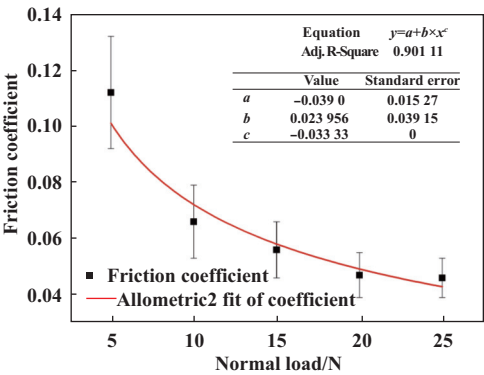


Fig. 6 The average friction coefficient changes with the loads and its fitting curve

图 6 平均摩擦系数随着载荷的变化及其拟合曲线

方程中的 c 为 $-1/3$ 时,拟合曲线与实际摩擦系数值吻合很好,此时得到的 a 为 $-0.039\ 0$,比较拟合方程与方程(2),可知 a 即为 a 的值。

图7所示为复合薄膜平均摩擦系数与随着赫兹接触压强倒数的变化及其拟合曲线。采用线性拟合时,拟合曲线与实际平均摩擦系数吻合很好,并得到拟合方程中的 a 值为 $-0.039\ 81$,比较拟合方程与方程(1)发现 a 对应 a 值,而 b 对应着 S_0 ,为 $0.102\ 17$,说明该复合薄膜的固有剪切强度约为 $102\ \text{MPa}$ 。此外,该 a 值与图6拟合得到 a 值极其接近,说明拟合的正确性,也表明赫兹接触模型的适用性。

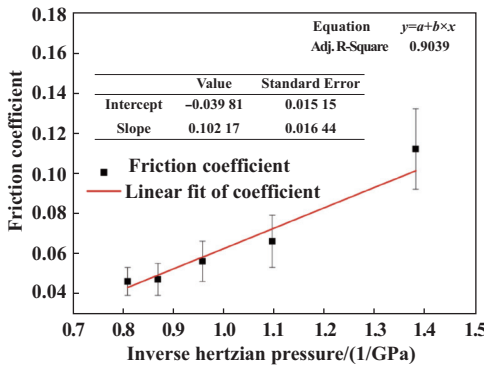


Fig. 7 The average friction coefficient of the composite film varies with the inverse Hertzian pressure and its fitting curve

图 7 复合薄膜平均摩擦系数随着赫兹接触应力倒数的变化及其拟合曲线

对于 MoS_2/C 复合薄膜体系,载荷对摩擦的影响因素还应该考虑载荷的不同引起摩擦物理化学变化的不同。因此采用拉曼光谱对磨斑中央的转移膜进行了分析,如图8所示,为不同载荷下转移膜的拉曼图谱。相比于沉积态薄膜,转移膜的拉曼图谱主要有两个变化:(1)在 $380\ \text{cm}^{-1}$ 和 $410\ \text{cm}^{-1}$ 处出现了 MoS_2 的特征峰,

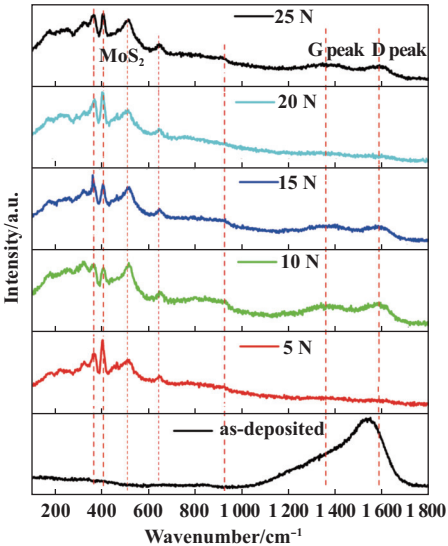


Fig. 8 Raman spectra of transfer films under different loads and as-deposited film

图 8 不同载荷下转移膜及沉积态薄膜的拉曼图谱

在 $520\ \text{cm}^{-1}$ 和 $640\ \text{cm}^{-1}$ 出现 MoS_2 的二级特征峰^[23]。这说明摩擦过程诱导无序非晶态的 MoS_2 转变为有序的 MoS_2 ,这种有序排列的 MoS_2 转移膜是低摩擦磨损的重要原因;(2)非晶碳相出现了一定程度的石墨化。表3为非晶碳相高斯分峰拟合结果,相比于沉积态薄膜,摩擦后转移膜的G峰向更大的波数移动,G峰和D峰半峰宽均下降, I_D/I_G 上升。这说明摩擦导致非晶碳的石墨化^[24]。但是比较不同载荷下转移膜拉曼分峰结果发现,载荷上升并没有导致更剧烈的石墨化。Kim等^[26]提出更大的载荷与更快的速度会引起更高的闪温,会促进非晶碳的石墨化,但在本试验中并没有观察到这个现象。

此外,我们对 $10\ \text{N}$ 载荷下磨斑转移膜结构进行TEM分析,如图9所示。转移膜主要是排列有序的 MoS_2 层,复合薄膜中非晶态 MoS_2 转变为具有一定程度择优取向的 MoS_2 ,且基面平行于滑移界面。这种有序结构与转移膜的拉曼图谱中出现尖锐的 MoS_2 特征峰也是相符合的。对于理想的层状 MoS_2 ,电子结构导致每层S原子显电正性,层间存在库仑斥力,在外力扰动下,层间易于滑动,但是当水分子存在时,水分子的氢键会与两层S分子形成氢键桥,而氢键的键能比范德华力要大,这就意味着氢键之间的剪切难度大于范德华力的剪切,最终层间剪切强度增大。Levita等^[27]通过理论计算证明,当法向载荷增加时, MoS_2 分子层间距会减小,因此阻碍水分子进入层间,从某种程度上保护了易剪切结构。另一方面,层间距减小也会增加

表 3 不同载荷下转移膜及沉积态薄膜的拉曼分峰拟合结果

Table 3 Raman fitting results of transfer film under different load and as-deposited film

Normal load /N	D peak Position/cm ⁻¹	D peak FWHM/cm ⁻¹	G peak Position/cm ⁻¹	G peak FWHW/cm ⁻¹	I _D /I _G
As-deposited	1 382	332	1 540	145	1.612
5	1 381	163	1 580	100	2.01
10	1 383	232	1 578	116	1.98
15	1 385	218	1 580	109	2.12
20	1 372	157	1 574	115	2.07
25	1 380	209	1 580	106	2.03

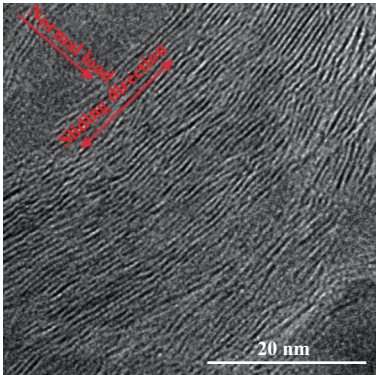


Fig. 9 Cross-section TEM micrograph of transfer film under 10 N load

图 9 10 N载荷下转移膜的TEM照片

层间库仑势, 在外力扰动下, 更高的库仑势也会带来更低的剪切强度^[28]. 这种理论对于本试验也是适用的, 因为TEM结果显示转移膜主要是基面平行于滑移界面的MoS₂转移层, 且法向载荷垂直于MoS₂转移层. 说明宏观载荷的增加也会使得MoS₂微观结构发生变化, 剪切强度降低, 摩擦系数降低.

为了进一步探究增加载荷导致低摩擦的关键因素, 此处设计了验证性试验: 在同一磨球、磨痕体系的连续摩擦过程中, 将载荷从25 N逐步降低到5 N, 每个载荷条件下摩擦20 min, 试验获得的摩擦系数如图10

所示. 结果表明, 随着载荷逐步降低, 体系的摩擦系数又逐步增加, 而且在10 N与5 N之间变化最为明显. 从摩擦化学的角度分析, 高载荷作用有利于在转移膜中出现更强的石墨化或者其他降低摩擦的摩擦化学产物, 此时切换到低载荷, 由于上述摩擦产物的存在, 体系的摩擦系数不会突然增大. 这显然与实际试验结果不符, 表明摩擦化学变化不是引起低摩擦的主导因素. 这种不同载荷下, 体系摩擦系数的变化应当取决于赫兹接触状态的变化或者是转移层微结构变化导致的剪切强度不同. 但是即使忽略剪切强度的影响, 并假设不同载荷下剪切强度不变, 平均摩擦系数的拟合结果依旧符合赫兹接触模型. 这说明相比于MoS₂微结构变化, 宏观赫兹接触对于不同载荷作用下体系摩擦系数降低起到主导作用.

3 结论

- a. 采用直流磁控溅射和高功率磁控溅射制备了MoS₂/C复合薄膜, 复合薄膜呈非晶结构, 且具有较高的硬度和弹性模量.
- b. 在球盘式摩擦试验中, MoS₂/C复合薄膜的摩擦系数随着载荷的增加而下降, 磨损率随着载荷增加先下降后略微上升; 摩擦系数的降低主要归因于赫兹接触的贡献, 磨损率的降低主要归因于较高载荷有利于转移膜的形成.
- c. 对磨损界面及摩擦产物的分析表明, 载荷的变化并没有导致非晶碳石墨化程度的显著不同; 通过转移膜的有序结构推断, 高载荷可能导致MoS₂转移层微结构发生变化, 导致较低的剪切强度及低摩擦系数.

参考文献

[1] Donnet C, Erdemir A. Solid lubricant coatings: Recent developments and future trends[J]. Tribology Letters, 2004, 17(3): 389–397. doi: 10.1023/B:TRIL.0000044487.32514.1d.

[2] Renevier N M, Hampshire J, Fox V C, et al. Advantages of using self-lubricating, hard, wear-resistant MoS₂-based coatings[J]. Surface & Coatings Technology, 2001, s142-144(1): 67–77.

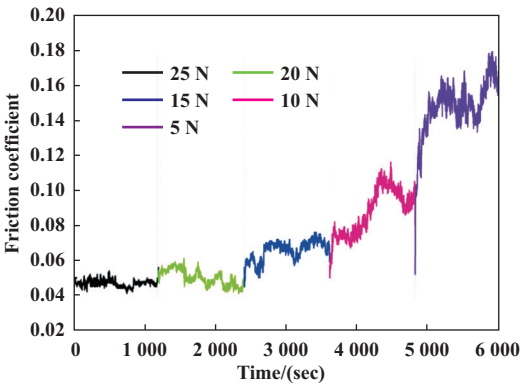


Fig. 10 Friction curve by changing load gradually on the same steel ball and wear track

图 10 同一磨球、磨痕逐步改变载荷的摩擦系数曲线

- [3] Khare H S, Burris D L. Surface and subsurface contributions of oxidation and moisture to room temperature friction of molybdenum disulfide[J]. Tribology Letters, 2014, 53(1): 329–336. doi: [10.1007/s11249-013-0273-0](https://doi.org/10.1007/s11249-013-0273-0).
- [4] Fleischauer P D, Lince J R. A comparison of oxidation and oxygen substitution in MoS₂ solid film lubricants[J]. Tribology International, 1999, 32(11): 627–636. doi: [10.1016/S0301-679X\(99\)00088-2](https://doi.org/10.1016/S0301-679X(99)00088-2).
- [5] Fox V C, Renevier N, Teer D G, et al. The structure of tribologically improved MoS₂-metal composite coatings and their industrial applications[J]. Surface & Coatings Technology, 1999, s116-119(99): 492–497.
- [6] Zhou Hui, Wen Qingping, Hao Hong, et al. Study of structural and tribological properties of MoS₂-Ti composite coatings deposited by unbalanced magnetron sputter[J]. Tribology, 2006, 26(2): 183–187 (in Chinese) [周晖, 温庆平, 郝宏, 等. 非平衡磁控溅射沉积 MoS₂-Ti 复合薄膜结构与摩擦磨损性能研究[J]. 摩擦学学报, 2006, 26(2): 183–187]. doi: [10.16078/j.tribology.2006.02.019](https://doi.org/10.16078/j.tribology.2006.02.019).
- [7] Holbery J D, Pflueger E, Savan A, et al. Alloying MoS₂ with Al and Au: structure and tribological performance[J]. Surface & Coatings Technology, 2003, s169-170(3): 716–720.
- [8] Lince J R. Tribology of Co-sputtered nanocomposite Au/MoS₂ solid lubricant films over a wide contact stress range[J]. Tribology Letters, 2004, 17(3): 419–428. doi: [10.1023/B:TRIL.0000044490.03462.6e](https://doi.org/10.1023/B:TRIL.0000044490.03462.6e).
- [9] Li H, Zhang G, Wang L. Low humidity-sensitivity of MoS₂/Pb nanocomposite coatings[J]. Wear, 2016, s350-351: 1–9.
- [10] Prasad S V, Mcdevitt N T, Zabinski J S. Tribology of tungsten disulfide-nanocrystalline zinc oxide adaptive lubricant films from ambient to 500 °C [J]. Wear, 2000, 237(2): 186–196. doi: [10.1016/S0043-1648\(99\)00329-4](https://doi.org/10.1016/S0043-1648(99)00329-4).
- [11] Zabinski J S, Donley M S, Mcdevitt N T. Mechanistic study of the synergism between Sb₂O₃ and MoS₂ lubricant systems using Raman spectroscopy[J]. Wear, 1993, 165(1): 103–108. doi: [10.1016/0043-1648\(93\)90378-Y](https://doi.org/10.1016/0043-1648(93)90378-Y).
- [12] Zabinski J S, Donley M S, Dyhouse V J, et al. Chemical and tribological characterization of PbO-MoS₂ films grown by pulsed laser deposition[J]. Thin Solid Films, 1992, 214(2): 156–163. doi: [10.1016/0040-6090\(92\)90764-3](https://doi.org/10.1016/0040-6090(92)90764-3).
- [13] Wu Y, Li H, Li J, et al. Preparation and properties of MoS₂/a-C films for space tribology[J]. Journal of Physics D Applied Physics, 2013, 46(42): 5301P.
- [14] Pimentel J V, Polcar T, Cavaleiro A. Structural, mechanical and tribological properties of Mo-S-C solid lubricant coating[J]. Surface & Coatings Technology, 2011, 205(10): 3274–3279.
- [15] Xu J, Chai L, Li Q, et al. Influence of C dopant on the structure, mechanical and tribological properties of r.f.-sputtered MoS₂/a-C composite films[J]. Applied Surface Science, 2016, 364: 249–256. doi: [10.1016/j.apsusc.2015.12.152](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.12.152).
- [16] Polcar T, Cavaleiro A. Review on self-lubricant transition metal dichalcogenide nanocomposite coatings alloyed with carbon[J]. Surface & Coatings Technology, 2011, 206(4): 686–695.
- [17] Chai Liqiang, Zhang Xiaoqin, Xu Jiao, et al. Preparation, structure and tribological properties of MoS₂ based composite films[J]. Tribology, 2016, 36(1): 1–6 (in Chinese) [柴利强, 张晓琴, 许佼, 等. MoS₂基复合薄膜制备及其结构与摩擦学性能研究[J]. 摩擦学学报, 2016, 36(1): 1–6]. doi: [10.16078/j.tribology.2016.01.001](https://doi.org/10.16078/j.tribology.2016.01.001).
- [18] Zhao Fei, Pang Xianjuan, Du Sanming, et al. Friction and wear behaviors of MoS_x-doped DLC films I: Effect of normal load[J]. Tribology, 2012, 32(5): 516–523 (in Chinese) [赵飞, 逢显娟, 杜三明, 等. MoS_x掺杂DLC薄膜的摩擦磨损行为 I: 载荷的影响[J]. 摩擦学学报, 2012, 32(5): 516–523]. doi: [10.16078/j.tribology.2012.05.006](https://doi.org/10.16078/j.tribology.2012.05.006).
- [19] Li Hongxuan, Xu Tao, Hao Junying, et al. Effect of matching materials on the tribological properties of amorphous hydrogenated carbon film[J]. Tribology, 2004, 24(6): 483–487 (in Chinese) [李红轩, 徐洮, 郝俊英, 等. 摩擦偶件材料对非晶含氢碳薄膜摩擦学性能的影响[J]. 摩擦学学报, 2004, 24(6): 483–487]. doi: [10.3321/j.issn:1004-0595.2004.06.001](https://doi.org/10.3321/j.issn:1004-0595.2004.06.001).
- [20] Polcar T, Evaristo M, Cavaleiro A. Friction of self-lubricating W-S-C sputtered coatings sliding under increasing load[J]. Plasma Processes & Polymers, 2007, 4(Supplement 1): S541–S546.
- [21] Polcar T, Cavaleiro A. Self-adaptive low friction coatings based on transition metal dichalcogenides[J]. Thin Solid Films, 2011, 519(12): 4037–4044. doi: [10.1016/j.tsf.2011.01.180](https://doi.org/10.1016/j.tsf.2011.01.180).
- [22] Gu L, Ke P, Zou Y, et al. Amorphous self-lubricant MoS₂-C sputtered coating with high hardness[J]. Applied Surface Science, 2015, 331: 66–71. doi: [10.1016/j.apsusc.2015.01.057](https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2015.01.057).
- [23] Golasa K, Grzeszczyk M, Leszczynski P, et al. Multiphonon resonant raman scattering in MoS₂[J]. Mrs Online Proceedings Library Archive, 2015, 1726(9): 183–188.
- [24] Ferrari A C, Robertson J. Interpretation of raman spectra of disordered and amorphous carbon[J]. Physical Review B Condensed Matter, 2000, 61(20): 14095–14107. doi: [10.1103/PhysRevB.61.14095](https://doi.org/10.1103/PhysRevB.61.14095).
- [25] Singer I L, Bolster R N, Wegand J, et al. Hertzian stress contribution to low friction behavior of thin MoS₂ coatings[J]. Applied Physics Letters, 1990, 57(10): 995–997. doi: [10.1063/1.104276](https://doi.org/10.1063/1.104276).
- [26] Kim D W, Kim K W. Effects of sliding velocity and normal load on friction and wear characteristics of multi-layered diamond-like carbon (DLC) coating prepared by reactive sputtering[J]. Wear, 2013, 297(1-2): 722–730. doi: [10.1016/j.wear.2012.10.009](https://doi.org/10.1016/j.wear.2012.10.009).
- [27] Levita G, Cavaleiro A, Molinari E, et al. Sliding properties of MoS₂ layers: load and interlayer orientation effects[J]. Journal of Physical Chemistry C, 2014, 118(25): 13809–13816. doi: [10.1021/jp4098099](https://doi.org/10.1021/jp4098099).
- [28] Zhao X, Perry S S. The role of water in modifying friction within MoS₂ sliding interfaces[J]. ACS Applied Materials & Interfaces, 2010, 2(5): 1444–1448.