

磁控溅射 MoS_2 -Ni 复合膜的结构与性能研究

韦春贝, 欧文敏, 侯惠君, 林松盛, 代明江, 石倩

(广东省新材料研究所 现代材料表面工程技术国家工程实验室 广东省现代表面工程技术重点实验室,
广州 510651)

摘要: 目的 提高 MoS_2 薄膜在大气环境下的摩擦学性能。方法 采用离子源复合磁控溅射技术制备了 MoS_2 -Ni 复合膜, 通过改变 Ni 靶功率获得不同 Ni 掺杂量的复合膜, 研究不同 Ni 掺杂量对复合膜结构及摩擦学性能的影响。采用扫描电镜 (SEM)、X 射线衍射仪 (XRD)、显微硬度计、洛氏硬度计、球-盘式摩擦磨损试验机以及 3D 轮廓仪, 对复合膜显微结构和性能进行研究。结果 复合膜以柱状晶结构生长, 增加 Ni 含量可以细化晶粒, 使复合膜的结构更加致密。复合膜硬度在 250~446HV 之间, 且随 Ni 含量的增加, 复合膜的硬度提高。复合膜具有良好的膜/基结合力, 结合力达到 HF1 级。 MoS_2 -Ni 复合膜的摩擦系数在 0.10~0.23 之间, 随 Ni 含量的增加, 虽然复合膜的摩擦系数增加, 但由于磨损过程形成稳定的转移膜粘着在对磨球表面, 因而使得磨损率降低, 耐磨寿命提高。结论 Ni 掺杂可以提高复合膜的致密度、硬度以及结合力, 增强复合膜的耐磨性能。

关键词: 离子源复合磁控溅射; Ni 掺杂; 复合膜; 硬度; 结合力; 摩擦磨损

中图分类号: TG174.444 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2017)10-0135-08

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2017.10.019

Structure and Properties of MoS_2 -Ni Composite Films Fabricated by Magnetron Sputtering Method

WEI Chun-bei, OU Wen-min, HOU Hui-jun, LIN Song-sheng, DAI Ming-jiang, SHI Qin

(National Engineering Laboratory for Modern Materials Surface Engineering Technology, the Key Lab of Guangdong for Modern Surface Engineering Technology, Guangdong Institute of New Materials, Guangzhou 510651, China)

ABSTRACT: The work aims to improve tribological properties of MoS_2 film in atmosphere. MoS_2 -Ni composite films were fabricated in magnetron sputtering method combined with ion source. Composite films with different Ni doping contents were obtained by changing Ni target power. The effects of Ni doping content on structure and tribological properties of the composite films were studied. Microstructure and properties of the composite films were studied by using scanning electron microscope (SEM), X-ray diffractometer (XRD), microhardness tester, Rockwell hardness tester, ball-on-disc wear tester and 3D profiler. The composite films exhibited columnar crystal structure. Grains were refined and the structure was compacted as the Ni content increased. Hardness of the composite films ranged between 250~446HV and it increased as the Ni content increased. The composite films exhibited good film/substrate binding force, which might reach grade HF1. Friction coefficient of the MoS_2 -Ni

收稿日期: 2017-03-30; 修订日期: 2017-05-11

Received: 2017-03-30; Revised: 2017-05-11

基金项目: 广州市科技计划项目 (201510010016); 广东省科技项目 (2014B070706026); 广东省省院平台建设项目 (2016GDASPT-0206, 2016GDASPT-0317)

Fund: Supported by Guangzhou Science and Technology Plan Projects (201510010016), Guangdong Province Science and Technology Plan Projects (2014B070706026), Platform Construction Projects of Guangdong Academy of Sciences (2016GDASPT-0206, 2016GDASPT-0317)

作者简介: 韦春贝 (1977—), 女, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为表面工程。

Biography: WEI Chun-bei (1977—), Female, Doctor, Senior researcher, Research focus: surface engineering.

composite films ranged between 0.10~0.23. As the Ni content increased, the wear rate reduced and friction durability increased as stable transfer film formed and stuck to the grinding ball though the friction coefficient increased. Ni doping can improve density of composite films, thus enhancing hardness, adhesion and wear resistance of the composite films.

KEY WORDS: magnetron sputtering method combined with ion source; Ni doping; composite films; hardness; adhesion; frictional wear

硫系过渡金属化合物 (MS_2 , 如 MoS_2 、 WS_2 等) 由于具有非常优异的润滑性能, 而被广泛研究及应用于航空航天领域^[1-3]。 MS_2 低的摩擦系数主要是由于层与层之间以很弱的范德瓦尔斯键结合, 因此层与层之间易于滑动。若两金属对磨面表面都粘结有 MS_2 , 则两表面之间的摩擦力将转化为 MS_2 层状结构之间的滑移, 从而可以降低金属面的磨损。虽然 MS_2 具有非常低的摩擦系数, 然而单一组分的 MS_2 薄膜结构疏松, 其硬度及承载能力非常有限, 且在潮湿大气中容易氧化, 导致其润滑性能明显降低, 这就大大限制了 MS_2 在工业领域的应用^[4-5]。

MoS_2 是应用最广泛的固体润滑剂, 被称为固体润滑之王。为了提高 MoS_2 在潮湿环境下的润滑性能, 采用掺杂金属或化合物是常用的方法, 如掺杂金属 ($Ti^{[6-7]}$ 、 $Cr^{[8]}$ 、 $Zr^{[9-10]}$ 、 $Nb^{[11]}$ 、 $Pb^{[12]}$ 等)、非金属 (C、N 等^[13-14]) 或化合物 (Sb_2O 等^[15-17])。研究认为元素掺杂可以打断 MoS_2 的柱状晶结构, 获得更加致密的复合膜, 阻碍了氧扩散通道, 从而提高了复合膜的抗氧化性能, 使得复合膜的摩擦系数降低, 耐磨寿命提高。关晓艳等人^[6]研究了 Ti 掺杂的 MoS_2 复合膜的结构和性能, 认为 Ti 的化学性质活泼, 在复合膜中优先发生氧化而对 MoS_2 起到保护的作用。N. M. Renevier 等人^[18]研究了 Ti、Cr、Zr、W 不同元素掺杂 MoS_2 复合膜的结构与性能, 发现这些金属元素掺杂后在 MoS_2 中的分布相似, 形成了固溶体, 若含量超过固溶度时, 则形成独立的金属相以及多层结构。这些金属掺杂使得 MoS_2 的晶粒发生畸变, 从而使复合膜具有更加致密的结构、更高的硬度以及更长的耐磨寿命。

Ni 金属掺杂与 Ti 等其他金属元素相似, 同时 Ni 有其自身特性, 如化学性质稳定, 具有良好的抗氧化性能及良好的机械强度和韧性。本文采用离子源复合磁控溅射的方法制备 Ni 掺杂的 MoS_2 复合膜, 研究不同 Ni 掺杂量对 MoS_2 薄膜结构和性能的影响, 期望 Ni 掺杂可以改善 MoS_2 薄膜的强度和韧性, 使得薄膜具有良好的硬度和结合力, 同时可以提高 MoS_2 薄膜的摩擦学性能。

1 试验

1.1 涂层制备

试验用基体材料为 TC4 钛合金, 尺寸为 $\phi 25$

mm \times 6 mm, 砂纸打磨至 1200 号, 然后依次采用丙酮、酒精超声清洗 20 min, 烘干后放入真空室待用。同时采用单晶硅作为基体进行薄膜截面观察。

采用多功能离子镀膜机进行 MoS_2 -Ni 复合膜的沉积制备。本底真空度为 4×10^{-3} Pa, 在沉积薄膜前先对基体材料进行氩离子溅射清洗, 清洗参数为: 离子源功率 500 W, 气压 0.5 Pa, 偏压 500 V, 时间 20 min。首先沉积 100~200 nm 的 Ti 过渡层, 然后采用中频磁控溅射 MoS_2 靶, 采用直流磁控溅射 Ni-V 靶, 共溅射沉积 MoS_2 -Ni 复合膜, 通过改变 Ni-V 靶功率获得不同的掺杂量。其中 MoS_2 靶纯度为 99.9%, Ni-V 靶材成分为 93%Ni-7%V。采用 Ni-V 合金靶是由于纯 Ni 靶为导磁材料, 一般的磁控溅射无法起辉。沉积获得的复合膜由于 V 含量低 (V 原子数分数在 0.71%~1.37%之间), 因此在下文中将忽略 V 对复合膜结构以及性能的影响。在沉积过程中同时开启离子源作为辅助沉积, 一方面离子源可以提高真空室内气氛离子化率, 提高沉积速率; 另一方面离子源产生的离子在偏压作用下对基体起到轰击的作用, 进而提高薄膜的致密性。具体沉积工艺参数如下: 偏压 50 V, 离子源功率为 200 W, MoS_2 靶功率为 1500 W, Ni-V 靶功率分别为 80、120、160、200 W, 沉积时间为 3 h。

1.2 性能测试

采用美国 FEI Quanta 200 扫描电子显微镜观察薄膜的表面形貌和截面形貌, 使用能谱仪 EDS 分析薄膜的成分。采用日本 smartlab X 射线衍射仪对相结构进行分析, 采用小角度掠射法, Cu 靶 ($\lambda_{Cu}=0.154\ 18\text{ nm}$), 管电流为 100 mA, 管电压为 40 kV, 功率为 9 kW, 扫描范围为 $10^\circ\sim 90^\circ$, 扫描步长为 0.02° 。采用 MH-5D 型显微硬度计对薄膜的显微硬度进行测试, 试验载荷 25 g, 保载时间 15 s, 测量 5 个点, 取平均值。薄膜与基体的结合力等级评估则采用 HR-150A 洛氏硬度计进行测试, 载荷为 150 kg, 采用 Leica DMI5000M 智能金相显微镜放大 100 倍, 观察压痕边缘薄膜裂纹及剥落情况。采用 MTS-3000 磨损试验仪测试薄膜在大气环境下的摩擦磨损性能, 摩擦条件为: $18\sim 20\text{ }^\circ\text{C}$, 相对湿度 70%~80%, 对磨球采用直径 4 mm 的 GCr15 钢球, 摩擦半径 6 mm, 转速 400 r/min, 载荷 4.9 N, 时间 1 h。利用 Bruker 公司生产的 Dektak XT 三维表面轮廓仪测试磨痕深度及磨痕 3D 形貌。

2 结果及分析

2.1 复合膜形貌分析

图 1 是 MoS₂-Ni 复合膜的表面形貌。掺杂 Ni 含量比较少时，复合膜呈现针状结构，随着掺杂量的增加，转变为圆柱状颗粒结构，并且掺杂量越高，颗粒尺寸越小，薄膜致密度增加。根据 EDS 能谱测试结

果，不同功率下复合膜中 Ni 含量（原子数分数，全文同）分别为 6.10%、9.46%、13.25%及 16.30%。图 2 是 MoS₂-Ni 复合膜的截面形貌。对于 Ni 含量由低到高，复合膜厚度分别为 2.59、2.16、1.68、1.74 μm。可见复合膜沉积速率随着 Ni 含量的增加逐渐降低，最后趋于稳定。根据截面形貌可知，复合膜以柱状晶结构生长，Ni 含量较低时，结构比较疏松，薄膜生长较快；随着 Ni 含量的增加，Ni 的加入阻碍了 MoS₂

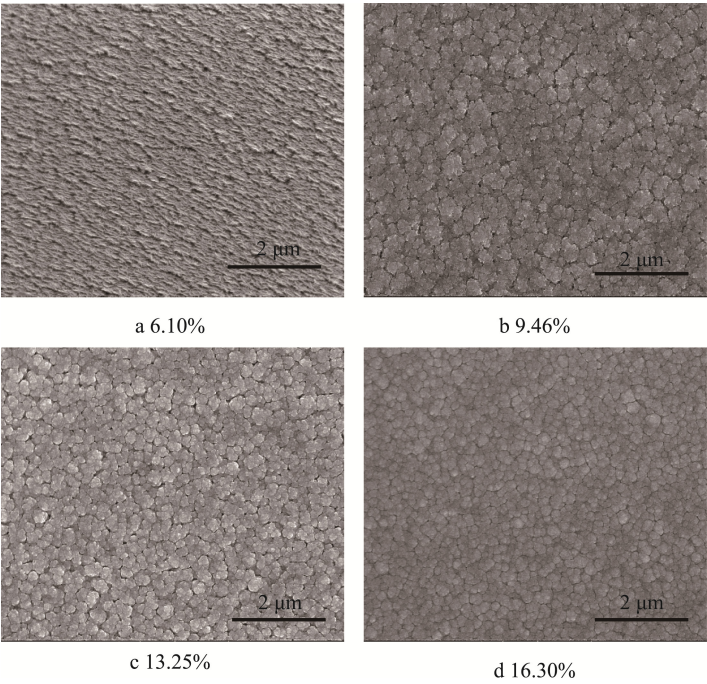


图 1 不同 Ni 含量的 MoS₂-Ni 复合膜表面形貌
Fig.1 Surface morphologies of MoS₂-Ni composite films with different Ni content

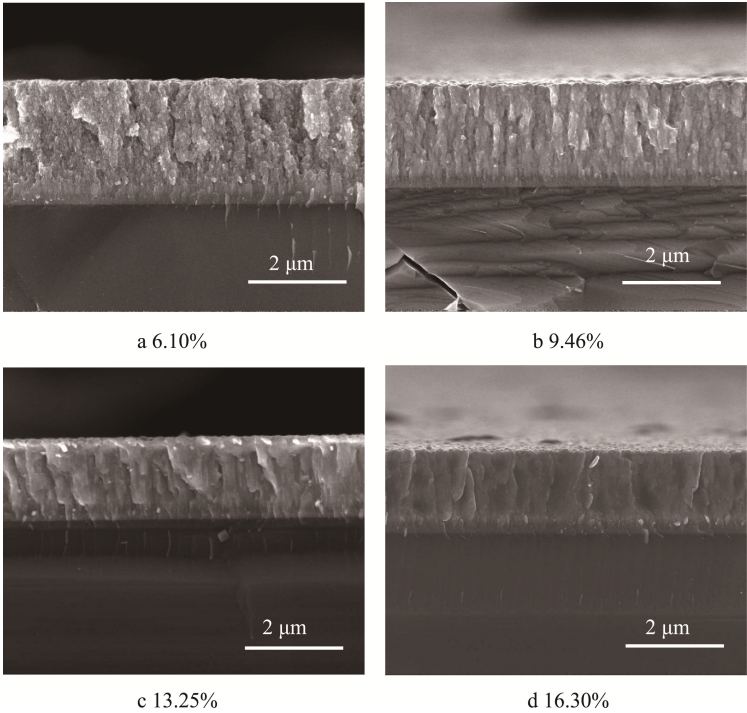


图 2 不同 Ni 含量的 MoS₂-Ni 复合膜截面形貌
Fig.2 Cross-section morphologies of MoS₂-Ni composite films with different Ni content

粗大柱状晶的快速生长,复合膜的致密度增加,因而沉积速率也相应降低。

2.2 XRD 相结构分析

图 3 是 MoS_2 -Ni 复合膜的 XRD 谱图。Ni 掺杂并不改变 MoS_2 的晶体取向,但随着 Ni 掺杂量的增加, MoS_2 峰宽化,表明 Ni 掺杂使得 MoS_2 晶粒细化,当 Ni 含量达到 13.25% 时,复合膜晶体取向弱化,当达到 16.30% 时已经完全非晶化。已有大量关于金属掺杂对 MoS_2 薄膜结构及性能影响的研究。Teer 和 Renevier 等人^[18-20]研究了 Ti、Cr、Zr 等元素掺杂的 MoS_2 薄膜,认为金属掺杂使得薄膜形成了非晶结构,当金属元素含量较低时,掺杂的金属元素以固溶体形式存在于 MoS_2 晶体中,薄膜的耐磨性能提高;当掺杂元素含量超过固溶极限后,金属元素析出形成弥散分布的金属相或者是层状结构,此时薄膜的耐磨性能下降。

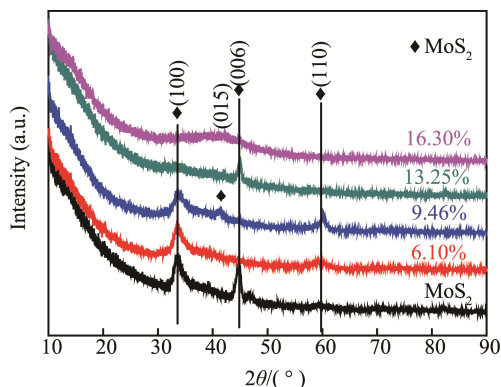


图 3 MoS_2 -Ni 复合膜 XRD 谱图

Fig.3 XRD patterns of the MoS_2 -Ni composite films

Zabinski 和 Xu 等人^[21-22]研究 Au、Ag 等元素掺杂的影响,认为 Au、Ag 原子比较大,无法形成固溶体,只能存在于晶粒边界,当金属含量较低时,形成非晶相或者纳米晶分散在 MoS_2 晶粒边界,可以阻碍 MoS_2 晶粒的长大,使得薄膜结构更加致密,从而提高薄膜的耐磨性能。对于 Ni 掺杂的 MoS_2 薄膜,由于 Ni 并不能与 MoS_2 形成化合物,有研究^[23]认为 Ni 与 O 以 NiO_x 相的形式存在于 MoS_2 和 $\text{MoS}_{2-x}\text{O}_x$ 晶粒边界,从而阻碍了 MoS_2 晶粒长大,获得更加致密的晶体结构。Xu^[24]认为 Ni 主要以非晶态 Ni 元素的形式存在于 WS_2 晶粒边界。本文在 XRD 谱峰中并没有发现 Ni 或其化合物的存在,因此 Ni 可能是以非晶形式存在。当 Ni 含量较低时, Ni 在 MoS_2 晶粒边界处阻碍 MoS_2 晶粒的长大,使得 MoS_2 晶粒细化,薄膜结构致密化;当 Ni 含量较高时, MoS_2 晶粒的连续性被阻断形成了非晶结构,薄膜结构更加致密。

2.3 硬度和结合强度分析

图 4 是不同 Ni 含量 MoS_2 -Ni 复合膜的显微硬度图。

复合膜的显微硬度在 250~446HV 之间,明显比纯 MoS_2 薄膜的显微硬度(约 80~130HV)高,并且随着 Ni 含量的增加,复合膜的硬度逐渐增加,这与薄膜致密度增加有关。根据表面和截面形貌结果可知,随着 Ni 含量的增加,复合膜的致密度增加,因此复合膜的硬度也随之增加。复合膜硬度增加将有利于提高其承载能力,从而有利于提高复合膜的耐磨性能。

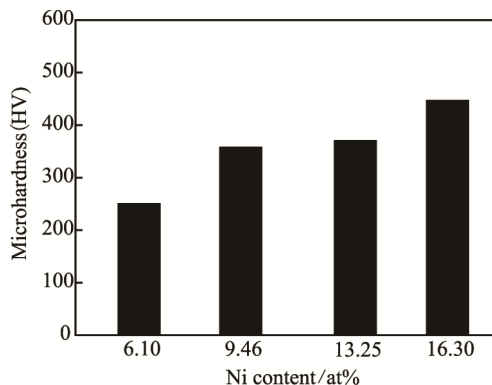


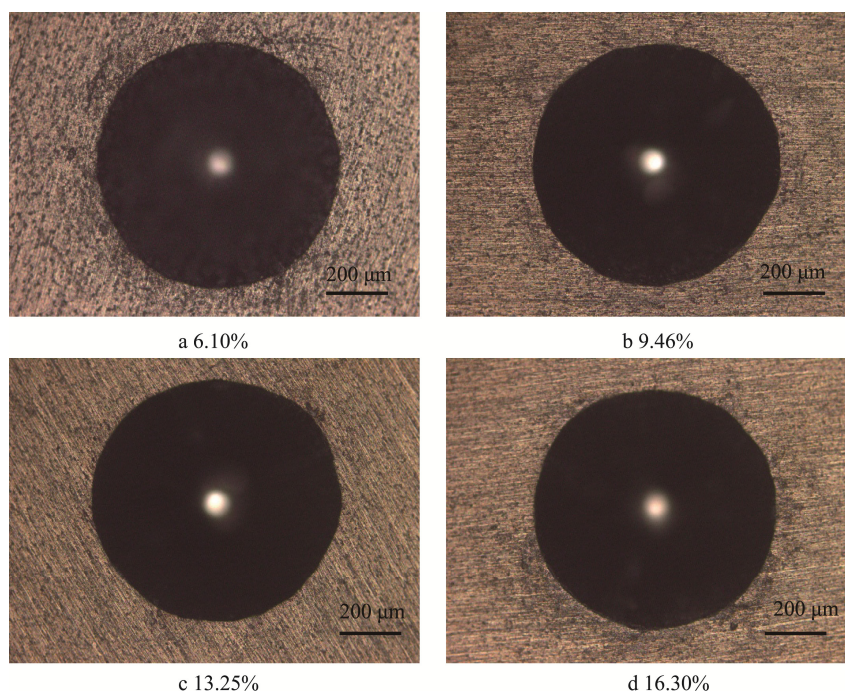
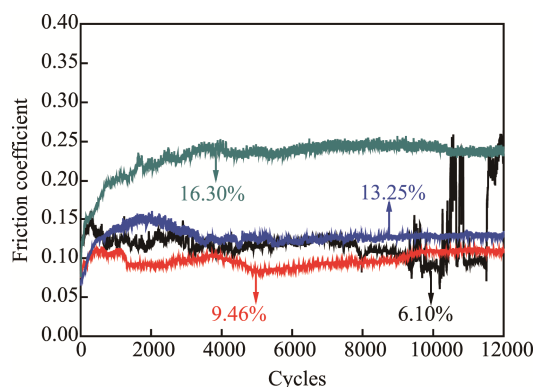
图 4 不同 Ni 含量 MoS_2 -Ni 复合膜的显微硬度

Fig.4 Microhardness of MoS_2 -Ni composite films with different Ni content

图 5 为 MoS_2 -Ni 复合膜的压痕形貌。Ni 含量为 6.10% 时,压痕边缘有较多裂纹及网络裂纹产生,边缘没有任何剥落,结合力等级判断为 HF2 级。增加 Ni 含量,复合膜边缘有少量的裂纹,边缘没有任何剥落,结合力等级达到 HF1 级(产生较少的裂纹为 HF1 级,产生较多的裂纹及网络裂纹为 HF2 级^[25])。可见,所制备的复合膜与钛合金基体之间具有良好的结合力,压痕等级达到 HF1 级。纯 MoS_2 薄膜由于具有疏松的柱状晶结构,在受到外力作用时,疏松的柱状晶易于被挤压破碎,导致其与基体的结合力较差。当在 MoS_2 中掺杂适量的 Ni 金属后,薄膜粗大的柱状晶被打断,薄膜结构更加致密,薄膜与基体的结合力也随之增加。同时 Ni 具有良好的韧性,增加 Ni 含量将有利于提高薄膜的韧性,从而提高薄膜与基体的结合力。

2.4 摩擦学性能分析

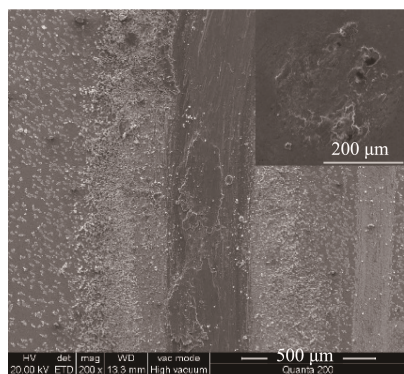
图 6 为 MoS_2 -Ni 复合膜的摩擦系数曲线。复合膜平均摩擦系数在 0.10~0.23 之间, Ni 含量较高时,摩擦系数较大。Ni 含量为 6.10% 时,复合膜的摩擦系数不稳定,经过 10 000 次磨损后,摩擦系数迅速上升,复合膜已经被磨穿。增加 Ni 含量时,复合膜的摩擦过程更加稳定,但摩擦系数随之增加。研究表明, MoS_2 由于存在不饱和悬挂键,不饱和悬挂键吸附氧、水汽等发生氧化,从而导致其润滑性能衰退。由于 MoS_2 薄膜结构疏松,氧、水汽等易于通过这些疏松多孔通道而使薄膜发生氧化。金属掺杂使薄膜结构的

图 5 不同 Ni 含量 MoS₂-Ni 复合膜的压痕形貌Fig.5 Micrographs of Rockwell indentation of MoS₂-Ni composite films with different Ni content图 6 不同 Ni 含量 MoS₂-Ni 复合膜的摩擦系数曲线Fig.6 Friction coefficient curves of MoS₂-Ni composite films with different Ni content

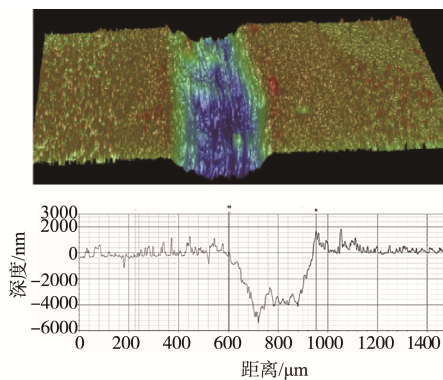
致密度提高, 氧、水汽等输运通道被阻碍, 因而抗氧化性能提高, 从而提高 MoS₂ 薄膜的摩擦学性能。另外, 在 MoS₂ 晶界聚集的 Ni 将会部分占据 MoS₂ 悬挂键, 这有利于提高薄膜的抗氧化性^[24]。随着 Ni 含量的增加, 复合膜的致密性增加, MoS₂ 抗氧化性能提高, 如相对于掺杂 6.10%Ni 的复合膜, 掺杂 9.46%Ni 的复合膜结构更加致密, 从而使其抗氧化性能提高, 因而摩擦系数较低, 耐磨性能更好。当进一步增加 Ni 含量时, 由于金属在晶界聚集增大, 金属颗粒对复合膜摩擦系数的影响增强 (相对于 MoS₂, 金属的摩擦系数较大), 因而摩擦系数增加。

图 7 为 MoS₂-Ni 复合膜的磨痕形貌及深度图。Ni 含量为 6.10% 时, 复合膜的磨痕较宽, 磨屑松散地堆积在磨道边缘, 在插入的对磨球表面发现形成的转

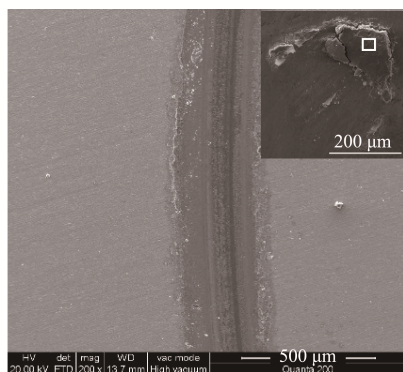
移膜较少。由磨痕轮廓图可知, 磨痕深度达到 5.1 μm, 超过了复合膜的总厚度, 磨损已经到达基体内部, 复合膜已失效。这是由于 Ni 掺杂量较低时, 薄膜结构比较疏松, 薄膜易于氧化而无法形成致密稳定的转移膜粘附在摩擦界面, 在摩擦过程中, 松散的转移膜很快被推出摩擦接触区, 因此复合膜很快被消耗。增加 Ni 掺杂量时, 磨痕表面变得光滑, 且磨痕较窄。当掺杂量为 9.46% 时, 磨痕深度达到 2.14 μm, 复合膜基本被完全消耗, 但未达到基体, 因此摩擦系数保持稳定不变。Ni 含量为 13.25% 时, 磨痕深度为 1.33 μm, 小于复合膜厚度 1.68 μm, 因而复合膜未被磨穿。Ni 含量增加到 16.30% 时, 磨痕较浅, 磨痕深度仅为 0.87 μm (复合膜厚度 1.74 μm), 复合膜受到的磨损最轻。在插入图片中可见在对磨球表面形成了致密的转移膜, 这层致密的转移膜在摩擦过程中能够稳定地起到润滑作用, 从而使摩擦过程更加稳定, 同时降低了磨损率, 使得复合膜的耐磨寿命提高。这是由于 Ni 含量较高时, 薄膜致密性增加, 薄膜抗氧化性能也随之增加, 在摩擦过程中不易被氧化, 因而更容易形成稳定的转移膜, 从而使复合膜的耐磨性能提高。另外, 由于 Ni 韧性较好, 增加 Ni 含量有利于提高薄膜韧性, 因而有利于提高膜/基结合力, 这可以提高薄膜的耐磨寿命。同时, 良好的薄膜韧性将有利于形成稳定的转移膜, 从而可以延长转移膜在界面的润滑, 提高薄膜的润滑寿命。增加 Ni 含量使复合膜硬度提高, 同样有利于提高复合膜的耐磨性能。图 8 是对磨球表面转移膜的能谱分析 (针对图 7c 和图 7g 对磨球表



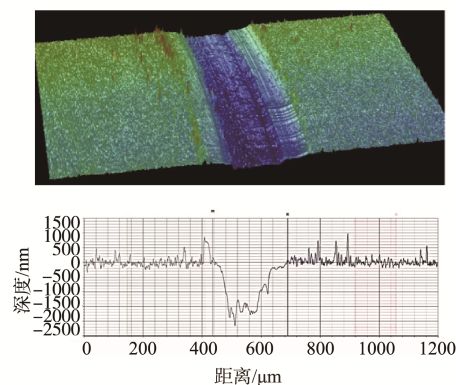
a SEM磨痕形貌, 6.10%



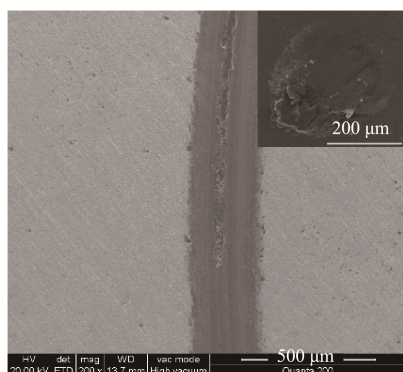
b 磨痕3D轮廓和深度, 6.10%



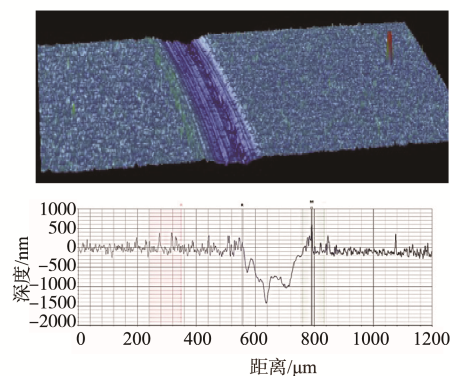
c SEM磨痕形貌, 9.46 %



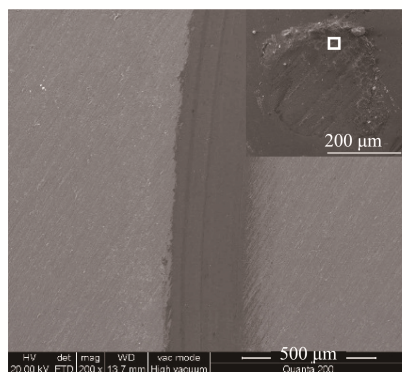
d 磨痕3D轮廓和深度, 9.46%



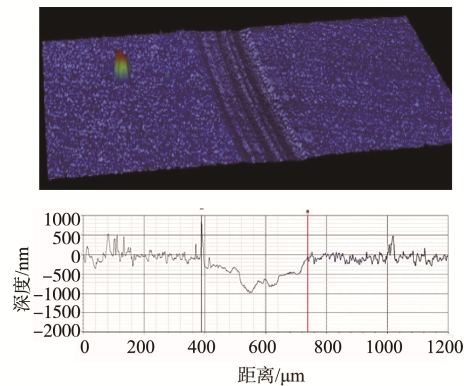
e SEM磨痕形貌, 13.25%



f 磨痕3D轮廓和深度, 13.25%



g SEM磨痕形貌, 16.30%



h 磨痕3D轮廓和深度, 16.30%

图7 MoS₂-Ni 复合膜磨痕形貌及深度

Fig.7 Morphologies of wear tracks of MoS₂-Ni composite films: a) SEM micrographs, 6.10%; b) wear trace contour and depth, 6.10%; c) SEM micrographs, 9.46%; d) wear trace contour and depth, 9.46%; e) SEM micrographs, 13.25%; f) wear trace contour and depth, 13.25%; g) SEM micrographs, 16.30%; h) wear trace contour and depth, 16.30%

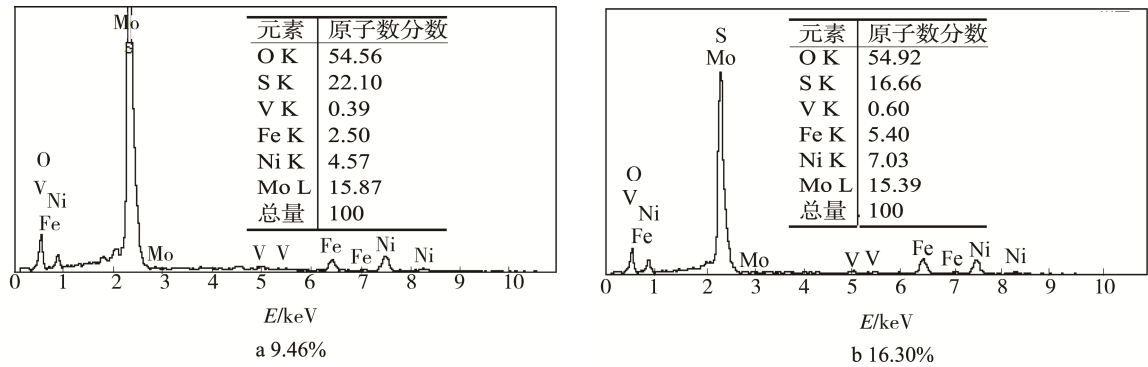


图 8 对磨球表面转移膜的 EDS 能谱
Fig.8 EDS spectra of transfer layers on counter balls

面)，可以发现转移膜发生了较严重的氧化，但表面仍然存在大量的 MoS_x，因而具有良好的润滑性能。从 EDS 能谱可知，当复合膜内的 Ni 含量较高时，转移膜内的 Ni 含量相应增加，而 S 含量则相对降低，这也是 Ni 含量较高时复合膜摩擦系数增加的原因。

3 结论

- 1) MoS₂-Ni 复合膜为柱状晶结构，Ni 掺杂阻碍了柱状晶生长，随着 Ni 含量的增加，柱状晶粒细化，复合膜变得更加致密。
- 2) Ni 掺杂可以有效提高薄膜的硬度，MoS₂-Ni 复合膜的硬度在 250~446HV 之间，且随着 Ni 含量的增加而提高。
- 3) 增加 Ni 含量有利于提高薄膜的膜/基结合力，复合膜的结合强度达到 HF1 级。
- 4) MoS₂-Ni 复合膜的平均摩擦系数在 0.10~0.23 之间，Ni 含量增加时，摩擦系数随之增加。随着 Ni 含量的增加，复合膜形成了稳定的转移膜，耐磨性能提高。

参考文献：

[1] COLAS G, SAULOT A, REGIS E, et al. Investigation of Crystalline and Amorphous MoS₂ Based Coatings: Towards Developing New Coatings for Space Applications[J]. Wear, 2015, 330-331: 448-460.

[2] QUAN X, HU M, GAO X M, et al. Friction and Wear Performance of Dual Lubrication Systems Combining WS₂-MoS₂ Composite Film and Low Volatility Oils under Vacuum Condition[J]. Tribology International, 2016, 99: 57-66.

[3] 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.

HAO Jun-ying, WENG Li-jun, SUN Jia-yi, 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 Powder of PTFE [J]. Tribology, 2010, 30(2): 105-110.

[4] 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.

CHAI Li-qiang, ZHANG Xiao-qin, XU Jiao, et al. Preparation, Structure and Tribological Properties of MoS₂ Based Composite Films[J]. Tribology, 2016, 36 (1): 1-6.

[5] 金杰, 黄晓林, 邱维维, 等. IBAD 制备 WS₂-Ag 固体润滑膜在海南湿热环境的耐候性能[J]. 中国表面工程, 2016, 29(3): 26-33.

JIN Jie, HUANG Xiao-lin, QIU Wei-wei, et al. Weatherable Property of WS₂-Ag Composite Solid Lubrication Films Prepared by IBAD under Hygrothermal Environment in Hainan[J]. China Surface Engineering, 2016, 29(3): 26-33.

[6] 关晓艳, 王立平, 张广安, 等. 磁控溅射沉积高承载、低摩擦 MoS₂/Ti 复合薄膜[J]. 摩擦学学报, 2015, 35(3): 259-265.

GUAN Xiao-yan, WANG Li-ping, ZHANG Guang-an, et al. High Load Bearing Capacity and Low Friction of MoS₂/Ti Composite Films by Magnetron Sputtering[J]. Tribology, 2015, 35(3): 259-265.

[7] BANERJI A, BHOWMICK S, ALPAS A T. Role of Temperature on Tribological Behaviour of Ti Containing MoS₂ Coating against Aluminum Alloys[J]. Surface and Coatings Technology, 2017, 314: 2-12.

[8] 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: 224-231.

[9] YE M, ZHANG G J, BA Y W, et al. Microstructure and Tribological Properties of MoS₂+Zr Composite Coatings in High Humidity Environment[J]. Applied Surface Science, 2016, 367: 140-146.

- [10] 欧文敏, 韦春贝, 代明江, 等. MoS₂-Zr 复合薄膜的摩擦学性能研究[J]. 表面技术, 2017, 46(1): 93-99.
OU Wen-min, WEI Chun-bei, DAI Ming-jiang, et al. Tribological Properties of MoS₂-Zr Composite Films [J]. Surface Technology, 2017, 46(1): 93-99.
- [11] ARSLAN E, BARAN ?, EFEOGLU I, et al. Evaluation of Adhesion and Fatigue of MoS₂-Nb Solid-lubricant Films Deposited by Pulsed-dc Magnetron Sputtering [J]. Surface & Coatings Technology, 2008, 202: 2344-2348.
- [12] LI H, ZHANG G A, WANG L P. Low Humidity Sensitivity of MoS₂/Pb Nanocomposite Coatings[J]. Wear, 2016, 350-351: 1-9.
- [13] 耿中荣, 李霞, 张广安, 等. MoS₂/a-C 复合薄膜在高/低湿度环境下的摩擦学性能研究[J]. 摩擦学学报, 2016, 36(4): 481-487.
GENG Zhong-rong, LI Xia, ZHANG Guang-an, et al. Tribological Properties of MoS₂/a-C Composite Films under High/Low Humidity Environments[J]. Tribology, 2016, 36(4): 481-487.
- [14] GUSTAVSSON F, JACOBSON S, CAVALEIRO A, et al. Ultra-low Friction W-S-N Solid Lubricant Coating [J]. Surface and Coatings Technology, 2013, 232: 541-548.
- [15] SCHARF T W, KOTULA P G, PRASAD S V. Friction and Wear Mechanisms in MoS₂/Sb₂O₃/Au Nanocomposite Coatings[J]. Acta Materialia, 2010, 58: 4100-4109.
- [16] SINGH H, MUTYALA K C, EVANS R D, et al. An Investigation of Material and Tribological Properties of Sb₂O₃/Au-doped MoS₂ Solid Lubricant Films under Sliding and Rolling Contact in Different Environments [J]. Surface & Coatings Technology, 2015, 284: 281-289.
- [17] 万志华, 郑军, 赵云平, 等. 溅射沉积 MoS₂/Sb₂O₃ 复合润滑膜的摩擦磨损过程与失效分析[J]. 润滑与密封, 2011, 36(12): 45-49.
WAN Zhi-hua, ZHENG Jun, ZHAO Yun-ping, et al. Analysis of Wear and Lubrication Failure during the Wear-life Tests of Sputtering MoS₂/Sb₂O₃ Composite Films[J]. Lubrication Engineering, 2011, 36(12): 45-49.
- [18] 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: 24-37.
- [19] TEER D G. New Solid Lubricant Coatings[J]. Wear, 2001, 251: 1068-1074.
- [20] RENEVIER N M, HAMPHIRE J, FOX V C, et al. Advantages of Using Self-lubricating, Hard, Wear-resistant MoS₂-based Coatings[J]. Surface and Coatings Technology, 2001, 142-144: 67-77.
- [21] ZABINSKI J S, DONLEY M S, WALCK S D, et al. The Effects of Dopants on the Chemistry and Tribology of Sputter-deposited MoS₂ Films[J]. Tribology Transactions, 1995, 38(4): 894-904.
- [22] XU Shu-sheng, GAO Xiao-ming, HU Ming, et al. Morphology Evolution of Ag Alloyed WS₂ Films and the Significantly Enhanced Mechanical and Tribological Properties[J]. Surface and Coatings Technology, 2014, 238: 197-206.
- [23] LINCEA 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): 2091-2105.
- [24] XU Shu-she, GAO Xiao-ming, HU Ming, et al. Nanostructured WS₂-Ni Composite Films for Improved Oxidation, Resistance and Tribological Performance [J]. Applied Surface Science, 2014, 288: 15-25.
- [25] HEINKE W, LEYLAND A, MATTHEWS A, et al. Evaluation of PVD Nitride Coatings, Using Impact, Scratch and Rockwell-C Adhesion Tests[J]. Thin Solid Films, 1995, 270: 431-438.