

表面摩擦磨损与润滑

纳米结构对二硫化钼摩擦学性能的影响

高雪^{1,2}, 吉利^{1,2}, 鞠鹏飞³, 陈磊^{1,2}, 刘晓红¹,
李红轩^{1,2}, 周惠娣^{1,2}, 陈建敏^{1,2}

(1.中国科学院兰州化学物理研究所 固体润滑国家重点实验室, 兰州 730000; 2.中国科学院大学材料与光电研究中心, 北京 100049; 3.上海航天设备制造总厂有限公司, 上海 200245)

摘要: **目的** 探究二硫化钼结构以及尺寸对其宏观摩擦学性能以及滑移机制的影响。**方法** 采用水热法制备了尺寸不同的二硫化钼微球花, 并与购买的商业化块状二硫化钼以及单层二硫化钼进行对比, 将四种二硫化钼粉末在乙醇中进行分散, 采用喷涂的方式在硅基底上制备了四种二硫化钼涂层。采用扫描电子显微镜 (SEM)、X 射线衍射仪 (XRD) 和透射电子显微镜 (TEM) 对粉末和涂层的形貌、结构进行了表征, 并对比研究了涂层的摩擦学性能, 通过光学显微镜观察了对偶的形貌, 利用 SEM 和 TEM 对摩擦界面的结构和形貌进行了研究。**结果** 四种二硫化钼材料均为层状结构的纳米片或微片组成, 摩擦系数平稳且均小于 0.05。块状二硫化钼寿命最短, 摩擦界面覆盖了较少的润滑膜; 单层二硫化钼摩擦系数平稳, 且寿命最长, 摩擦界面由大量纳米片组成, 摩擦过程主要是单纯的物理剥离; 二硫化钼微球花的寿命介于二者之间, 微球花在摩擦力的作用下很容易发生剥离, 在摩擦过程中起润滑作用的是剥离的二硫化钼纳米片, 摩擦界面覆盖了较厚的致密润滑膜。二硫化钼微球花摩擦后, 层间距由 0.62 nm 增至 0.7 nm, 层间距的增大有利于良好的润滑。**结论** 尺寸对二硫化钼的滑移机制有影响, 从而显著影响其耐磨寿命, 层数和尺寸的减小有利于耐磨寿命的提升。

关键词: 二硫化钼; 摩擦学性能; 耐磨寿命; 纳米结构; 尺寸; 滑移机制

中图分类号: TH117 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3660(2020)07-0133-08

DOI: 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2020.07.017

Effect of Nanostructure on Tribological Properties of Molybdenum Disulfide

GAO Xue^{1,2}, JI Li^{1,2}, JU Peng-fei³, CHEN Lei^{1,2}, LIU Xiao-hong¹,
LI Hong-xuan^{1,2}, ZHOU Hui-di^{1,2}, CHEN Jian-min^{1,2}

(1.State Key Laboratory of Solid Lubrication, Lanzhou Institute of Chemical Physics, Chinese Academy of Sciences, Lanzhou 730000, China; 2.Center of Materials Science and Optoelectronics Engineering, University of Chinese Academy of Sciences, Beijing 100049, China; 3.Shanghai Aerospace Equipment Manufacture, Shanghai 200245, China)

收稿日期: 2020-02-19; 修订日期: 2020-05-14

Received: 2020-02-19; Revised: 2020-05-14

基金项目: 国家自然科学基金 (51775537, U1637204)

Fund: Supported by the National Natural Science Foundation of China (51775537, U1637204)

作者简介: 高雪 (1992—), 女, 博士研究生, 主要研究方向为表面工程。

Biography: GAO Xue (1992—), Female, Doctoral students, Research focus: surface engineering.

通讯作者: 李红轩 (1978—), 男, 博士, 研究员, 主要研究方向为表面工程。邮箱: lihx@licp.cas.cn

Corresponding author: LI Hong-xuan (1978—), Male, Doctor, Researcher, Research focus: surface engineering of material. E-mail: lihx@licp.cas.cn

引文格式: 高雪, 吉利, 鞠鹏飞, 等. 纳米结构对二硫化钼摩擦学性能的影响[J]. 表面技术, 2020, 49(7): 133-140.

GAO Xue, JI Li, JU Peng-fei, et al. Effect of nanostructure on tribological properties of molybdenum disulfide[J]. Surface technology, 2020, 49(7): 133-140.

ABSTRACT: The work aims to study the effect of the structure and the size of MoS₂ on its macro tribological properties and the sliding mechanism. The flower-like MoS₂ microspheres of different sizes were synthesized by hydrothermal method and compared with the purchased commercial bulk MoS₂ and single-layer MoS₂. Four kinds of MoS₂ powder were dispersed in ethanol, and four MoS₂ coatings were prepared on the silicon wafer by spraying. Scanning electron microscope (SEM), X-ray diffraction (XRD), and transmission electron microscope (TEM) were used to characterize the morphology and structure of the powder and coatings. The tribological properties of the coatings were compared and studied. The morphology of the friction pair was observed by the optical microscopy. The SEM and TEM were used to study the structure and morphology of the friction interface. The four MoS₂ samples were all composed of micro- or nano-sheets with the layered structure. The friction coefficients of the four materials were stable and less than 0.05. The wear life of bulk MoS₂ was the shortest and the friction interface was covered by the less lubricating film. The single-layer MoS₂ had a stable friction coefficient and the longest life. The friction interface was composed of numerous nanosheets and the friction process was mainly pure physical peeling. The life of the flower-like MoS₂ microspheres was intermediate between those of bulk MoS₂ and single-layer MoS₂. The flower-like MoS₂ microspheres were easy to be exfoliated under the action of friction force, and the exfoliated MoS₂ nanosheets played an important role of lubrication during the friction process. The friction interface was covered with a thick and dense lubricant film. After the rubbing, the interlayer distance of flower-like MoS₂ microspheres increased from 0.62 nm to 0.7 nm, which was conducive to good lubrication. The size can affect the sliding mechanism of MoS₂, which significantly affects its wear life. The reduction of the layer and size is beneficial to improve the wear life.

KEY WORDS: molybdenum disulfide; tribological properties; wear life; nanostructure; size; sliding mechanism

二硫化钼是一种常用的层状润滑材料,其层内为强的化学键作用,而层间是弱的范德华力,因此二硫化钼在力的作用下很容易层层滑移。通常认为二硫化钼良好的摩擦学性能是因其层状结构,但有关其润滑机理的解释仍是众说纷纭^[1-3]。尽管已有研究发现,二硫化钼可以在力的作用下发生层间滑移^[4],但在实际摩擦过程中,层层滑移是发生在层间,还是层外,仍存在较大的争议。

近些年随着纳米技术的发展,通过对材料纳米化,不仅增大了材料的比表面积,提升了材料的吸附能力,还能使其展现出优异的性能。例如石墨烯,作为石墨的组成单元,不仅保留了石墨优异的性能,同时也展现出了一些超越石墨的特性(石墨烯能突破石墨摩擦学性能的环境限制,实现真空超滑)^[5-6]。与石墨烯材料相似,纳米化的二硫化钼也展现出了优于商业化的块状二硫化钼的摩擦学性能^[7-9],此外,研究纳米化的二硫化钼的摩擦学性能,也有利于提升对二硫化钼及其滑移机理的认识,因此纳米二硫化钼也受到了广泛的关注。近年来,研究人员通过多种方法制备了大量形态各异的纳米二硫化钼,如纳米管、纳米球、纳米片、纳米花等^[10-16],虽然不同结构的纳米二硫化钼都展现出比块状二硫化钼更好的摩擦学性能,但其摩擦学性能以及滑移机制略有不同^[17-20]。以往的研究表明,具有闭合结构的二硫化钼,如类富勒烯和管状二硫化钼,不但具有更优异的化学稳定性,并且在一定条件下,由于其特殊的滚动摩擦机制,能展现超低的摩擦系数。但是也有研究表明,除滚动摩擦外,晶粒上剥落下来的二硫化钼片在减轻摩擦和磨损方面发挥了重要作用^[21-23]。对于没有组成闭合结

构的二硫化钼颗粒,在摩擦过程中更容易发生剥离,具有良好片层结构的二硫化钼纳米片能展现更优异的摩擦磨损性能^[24-25]。

为了更好地研究纳米结构对二硫化钼摩擦学性能以及滑移机制的影响,文中对不同尺寸且具有片层结构的纳米二硫化钼的摩擦学性能进行了研究,并对商业化的块状二硫化钼也进行了相同对比实验,研究了样品摩擦前后的结构变化。此外,揭示了二硫化钼微球花以及单层二硫化钼摩擦过程的滑移机制,并阐述了尺寸对二硫化钼摩擦学性能以及润滑机制的影响。这对层状材料滑移机制的研究以及纳米润滑材料的实际应用都有重要的意义。

1 实验

1.1 二硫化钼涂层的制备

实验所用材料包括:块状二硫化钼粉末(粒径≤10 μm,纯度≥98%,本溪鑫利源金属有限公司生产),单层二硫化钼粉末(片径0.2~5 μm,厚度约为1 nm,单层率≥90%,南京先丰纳米有限公司生产),以及钼酸钠、硫脲、柠檬酸(国药公司生产)。乙醇为分析纯,购买于东方仪器化学试剂有限公司。去离子水为实验自制。

通过传统的水热法合成微米级二硫化钼微球花和纳米级二硫化钼微球花。微米级二硫化钼微球花的具体合成步骤如下:将1.87 g 钼酸钠、2.77 g 硫脲溶解在80 mL 去离子水中,并用磁力搅拌器搅拌30 min,使其充分溶解,之后将溶液倒入150 mL 的聚四氟乙烯内衬中,并将其放入不锈钢高压反应釜中密封。将

密封好的高压反应釜放入烘箱中, 在 220 °C 下保温 48 h。反应结束后, 炉冷至室温, 将得到的黑色沉淀物反复用离心水洗至接近中性, 在 80 °C 真空干燥箱中烘干, 得到的黑色片状固体即为微米级二硫化钼微球花^[26]。由于合成出的微米级二硫化钼微球花为黑色片状固体, 分散性较差, 因此在喷涂前, 先用玛瑙研钵对其进行研磨, 得到了粉末状微米级二硫化钼微球花。

纳米级二硫化钼微球花的具体合成步骤如下: 将 0.43 g 钼酸钠、0.69 g 硫脲以及 0.46 g 柠檬酸溶解在 70 mL 去离子水中, 并用磁力搅拌器搅拌 30 min, 使其充分溶解, 之后将溶液倒入 150 mL 的聚四氟乙烯内衬中, 将其放入不锈钢高压反应釜中密封。将密封好的高压反应釜放入烘箱中, 在 190 °C 下保温 24 h。反应结束后, 炉冷至室温, 将得到的黑色沉淀物反复用离心水洗至接近中性, 在 80 °C 真空干燥箱中烘干, 得到的黑色粉末即为纳米级二硫化钼微球花^[27]。由于直接得到了细腻的粉末, 该样品分散性较好, 所以喷涂前并未对其进行研磨。

涂层的制备方法如下: 以硅片 (20 mm×20 mm) 为基底, 用丙酮对硅基底进行超声清洗, 以去除可能产生的污染, 获得干净的基底。为了充分了解二硫化钼的本征性能, 不添加任何粘结剂, 使用易挥发的乙醇作为分散液。将 0.05 g 的四种二硫化钼粉末分别分散到 50 g 乙醇中, 对混合物超声分散 1 h, 使其分散均匀, 通过喷涂的方法制备了四种二硫化钼涂层: 块状二硫化钼 (M1)、微米级二硫化钼微球花 (M2)、

纳米级二硫化钼微球花 (M3) 以及二硫化钼烯 (M4)。

1.2 微观结构表征

使用扫描电子显微镜 (SEM, JSM-5601LV, Japan) 对四种二硫化钼粉末以及涂层摩擦前后的形貌进行了表征。通过高分辨 X 射线衍射仪 (XRD, D8Discover25, Germany) 分析了四种粉末的结构。使用透射电镜 (TEM, FEI, TF20, USA) 对四种粉末的原始形貌和结构进行了研究。利用光学显微镜观察分析了摩擦稳定期的对偶形貌。利用聚焦离子束 (FIB, FEI, Helios 600, USA) 对 M3 稳定期磨痕进行切割, 并通过透射电镜 (TEM, FEI, TECNAI G2 S-TWIN F20, USA) 对横截面的形貌与结构进行了分析。

1.3 摩擦学性能表征

使用摩擦机 (CSM, Switzerland) 研究了涂层真空摩擦学性能, 载荷为 1 N, 转速为 60 rad/min, 对偶球为 GCr15 ($\phi=6$ mm、 $Ra=20$ nm), 磨痕半径为 5 mm。当样品磨穿或者摩擦实验持续 30 000 转时, 停止实验。用于摩擦界面表征的样品在相同条件下摩擦 1200 转。每组实验重复三次以上。

2 结果与讨论

2.1 微观结构

图 1 为合成的两种二硫化钼微球花以及购买的

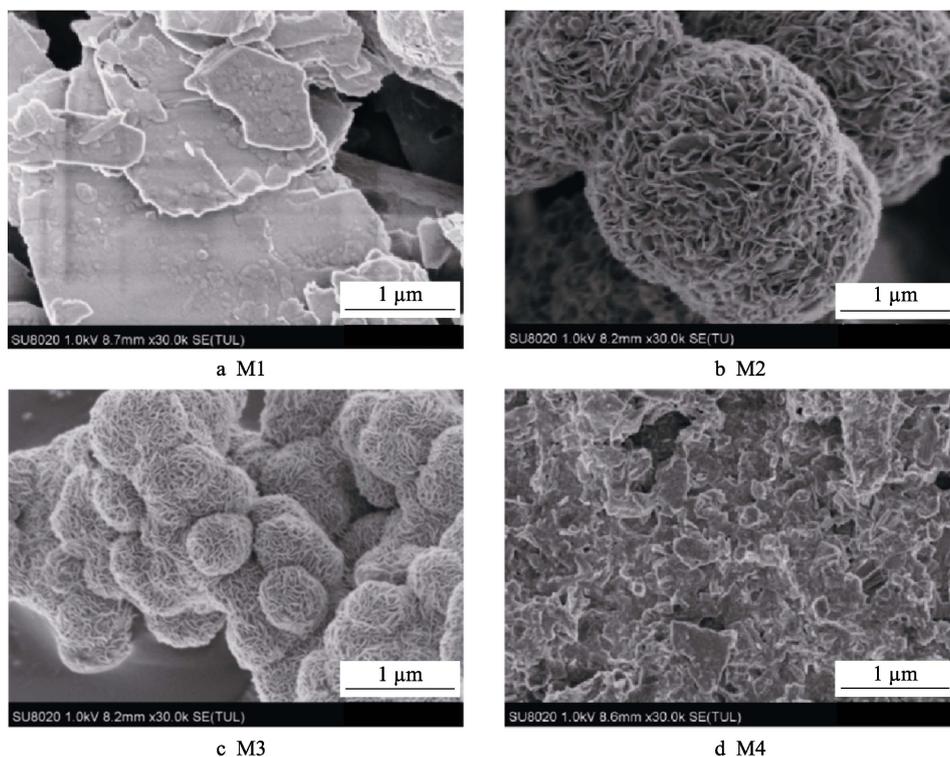


图 1 四种二硫化钼粉末的扫描电镜照片
Fig.1 SEM images of four kinds of MoS₂ powder

两种二硫化钼粉末的扫描电镜照片。由图可知, M1 尺寸均匀性较差, 均大于 $1\ \mu\text{m}$, 且片层较厚。利用水热法合成的二硫化钼微球花 M2 (即由大量弯曲的二硫化钼纳米片聚集形成的球形颗粒), 颗粒尺寸较为均一, 平均直径约为 $3\ \mu\text{m}$, M3 的平均粒径约为 $300\ \text{nm}$, 因此组成 M2 的纳米片大于组成 M3 的纳米片。M4 样品尺寸比较均匀, 粒径约为 $200\ \text{nm}$, 局部能观察到尺寸略大的颗粒, 但整体均小于 $1\ \mu\text{m}$ 。

图 2 为四种二硫化钼的 XRD 图谱。四种样品均在 14° 左右有明显的特征峰, 其晶面间距约为 $0.60\ \text{nm}$, 对应于二硫化钼的(002)晶面。M2、M3、M4 的(002)峰相对于块状二硫化钼, 略微向低角度偏移, 说明所制备的二硫化钼微球花以及单层二硫化钼沿 c 轴方向发生了膨胀, 层间距约为 $0.62\ \text{nm}$ 。此外, M1、M2 的(002)峰为尖峰, M3、M4 的(002)峰为弥散峰, 说明 M3、M4 结晶性相对较差。

图 3 为四种二硫化钼的透射电镜图。M1 为厚片状结构, 尺寸约为 $5\ \mu\text{m}$, 层间距为 $0.60\ \text{nm}$, 且层状结构良好。M2 直径约为 $3\ \mu\text{m}$, 组成微球的二硫化钼纳米片层间距约为 $0.62\ \text{nm}$, 其边缘的层状结构发生

了弯曲, 边缘的纳米片约为 8 层。M3 直径约为 $300\ \text{nm}$, 其层状结构也明显发生了弯曲, 组成小微球的二硫化钼纳米片不仅比 M2 的小, 且层数也较少, 由图 3c 可知, 边缘的纳米片约为 5 层, 层间距约为 $0.62\ \text{nm}$ 。M4 纳米片不仅尺寸小, 而且厚度较薄, 在超声过程中很容易破裂, 所以从图 3d 中可以观察到许多薄且小的纳米片, 其层间距约为 $0.62\ \text{nm}$ 。

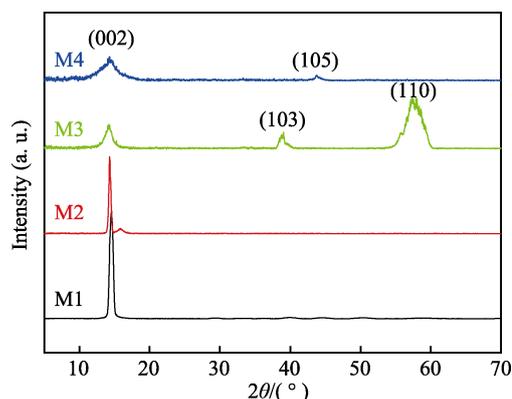


图 2 四种二硫化钼样品的 XRD 图谱
Fig.2 XRD patterns of four MoS_2 samples

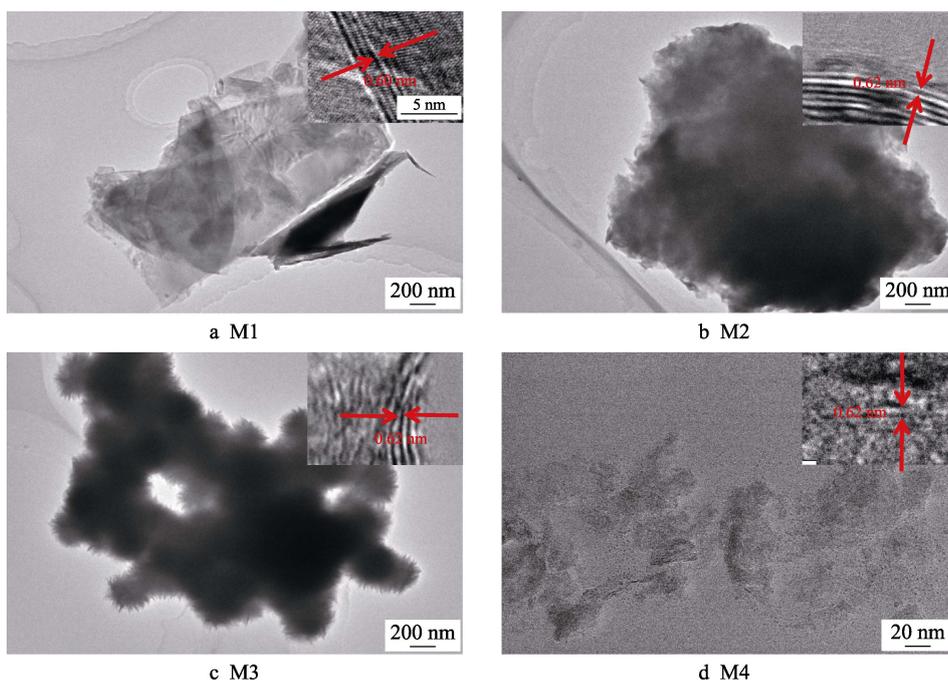


图 3 四种二硫化钼样品的透射电镜照片
Fig.3 TEM images of four MoS_2 samples

图 4 为四种二硫化钼涂层表面的扫描电镜照片。M1 涂层表面的二硫化钼片整体粒径较大, 且大小不均, 此外 M1 片厚度最厚, 导致涂层表面覆盖的样品疏松且杂乱。M2 涂层表面覆盖了一层较为均匀的二硫化钼纳米片, 局部能观察到较大的颗粒, 根据原始合成的样品结构可知, 表面覆盖的二硫化钼片为组成 M2 微球的纳米片, 局部的大颗粒为部分结构发生破坏的 M2。由于 M3 特殊的微球结构, 所以其涂层表

面覆盖的样品较为疏松, 颗粒的尺寸较为均匀。M2 涂层与 M3 涂层表面面貌存在差异, 主要是由于 M2 在喷涂前进行了研磨, 导致组装在一起的二硫化钼纳米片发生了剥离, 从而以纳米片的形式均匀地铺展在基底上。这说明在力的作用下, 组装在一起的二硫化钼纳米片很容易发生剥离。由于 M4 尺寸最小, 而且厚度最薄, 更有利于样品的铺展, 所以 M4 涂层表面覆盖了一层平整均匀的纳米片。

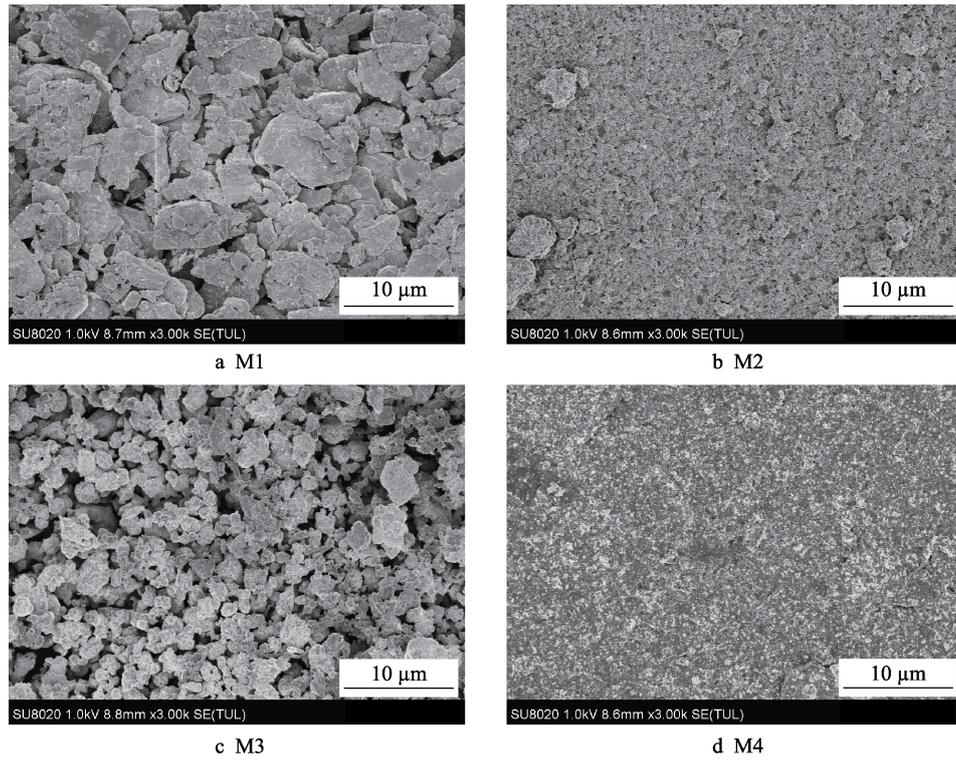


图 4 四种二硫化钼涂层表面的扫描电镜照片
Fig.4 SEM images of four MoS₂ coatings

2.2 摩擦学性能

图 5 为四种二硫化钼涂层的摩擦曲线。四种二硫

化钼涂层在失效前的摩擦系数较为平稳，且相差不大，摩擦系数均小于 0.05，但是其耐磨寿命差异较大。M1、M2、M3 涂层试样的摩擦寿命分别约为 800、

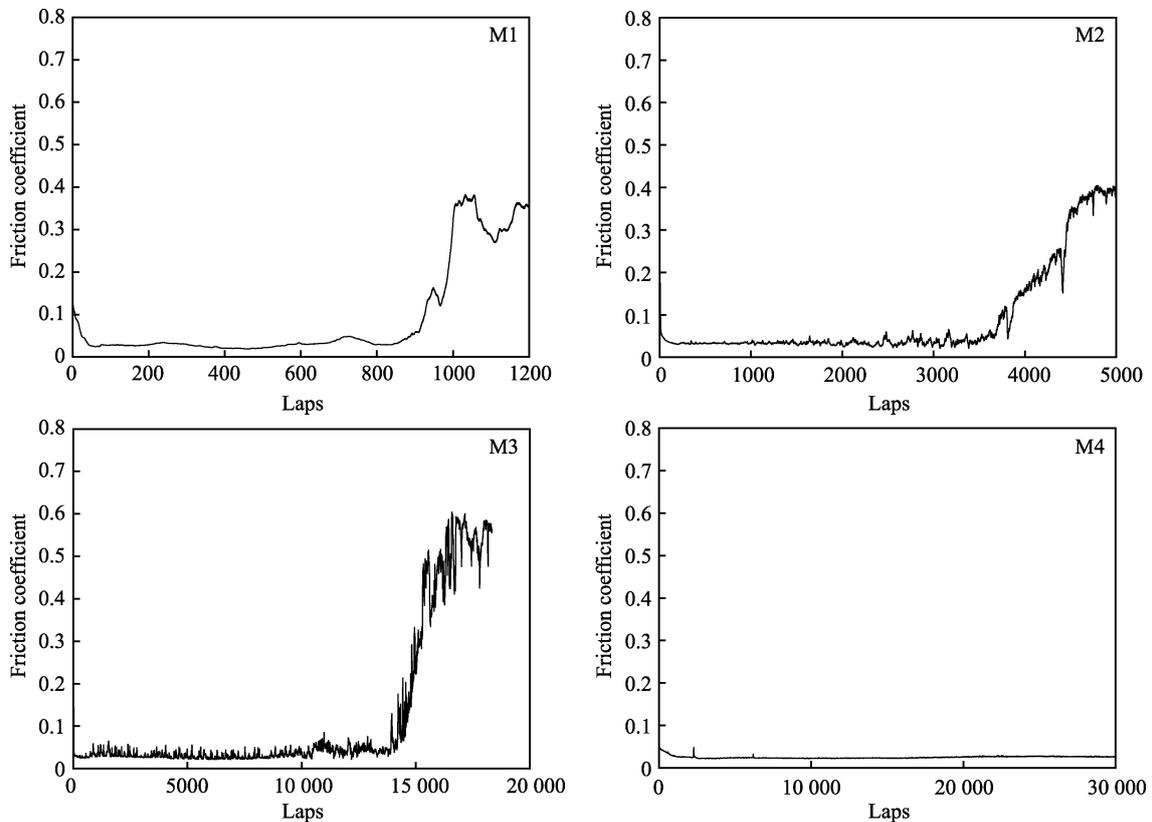


图 5 四种二硫化钼涂层的摩擦曲线
Fig.5 Friction curve of four MoS₂ coatings

3500、14 000 转，M4 涂层在实验范围内并未磨穿，摩擦系数最小，且始终保持平稳。表明随着二硫化钼尺寸和层数的减小，其耐磨寿命显著提升。

图 6 为四种二硫化钼涂层在摩擦稳定期的磨痕

形貌，图 7 为图 6 中心区域的放大照片。由图可知，M1 的摩擦界面表面铺展了较少的样品，局部能观察到小片的致密润滑膜和基底。这是由于 M1 微片较厚，并且尺寸大，致使涂层表面较为疏松，因此 M1 在摩

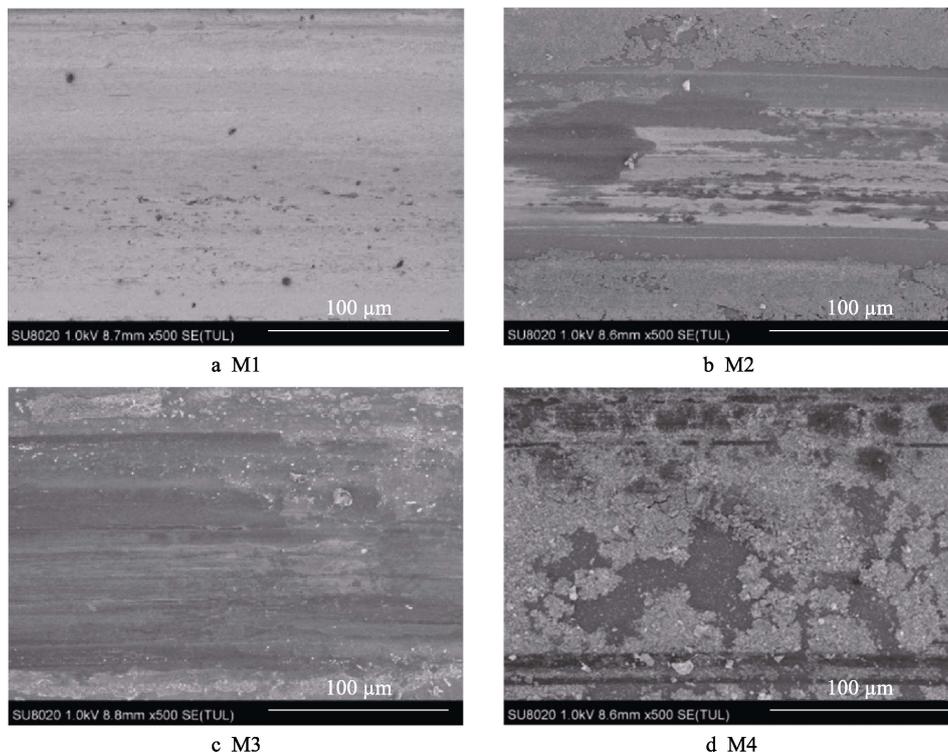


图 6 四种二硫化钼涂层在摩擦稳定期的磨痕形貌
Fig.6 SEM images of the worn surfaces of four MoS₂ coatings in the stable friction stage

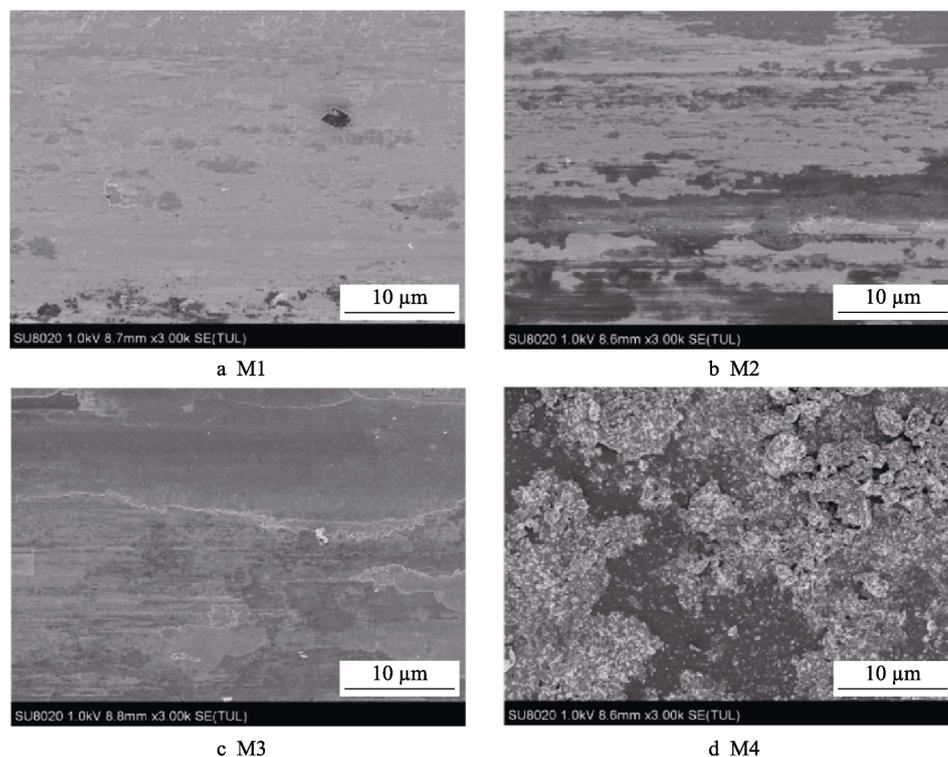


图 7 四种二硫化钼涂层在摩擦稳定期的磨痕中心放大
Fig.7 Enlarged SEM images of the worn surface of four MoS₂ coatings in the stable friction stage

擦过程中受到挤压时, 很容易被移出摩擦界面, 使得摩擦界面的样品在短时间内迅速减少, 以致 M1 样品在摩擦过程中成膜困难, 磨损寿命较短。M2 摩擦界面铺展了较多的润滑膜, 可以观察到大片致密的润滑膜, 但是局部磨损较为严重, 能明显观察到基底。M3 整个摩擦界面铺展了一层致密且均匀的润滑膜, 几乎观察不到基底的暴露。M4 摩擦界面与其余三种样品有较大的差异, 并未在压力的作用下形成致密均匀的润滑膜, 摩擦界面形貌与涂层表面的形貌相似, 由大量的 M4 纳米片组成, 在摩擦力的作用下, 局部 M4 纳米片剥离明显, 说明 M4 在摩擦过程中, 结构没有发生明显的变化, 而仅仅是单纯的物理剥离, 摩擦过程以 M4 纳米片外表面的相对滑移为主。

图 8 为四种二硫化钼涂层在摩擦稳定期的对偶球形貌。可以看出, M4 摩擦副表面不仅磨损十分轻

微, 且粘附了较少的样品, 进一步说明了在摩擦力的作用下, M4 纳米片很容易发生层外滑移。

通过以上分析可知, 尺寸较大且层数较厚的 M1、M2 和 M3, 原本疏松的涂层在摩擦力的作用下会形成致密的润滑膜, 这一层致密的润滑膜在摩擦过程中起到润滑的作用。与块状二硫化钼不同, 纳米二硫化钼由于其小的尺寸以及较薄的二维结构, 更容易在摩擦界面铺展, 因此能在整个磨痕表面形成均匀致密的润滑膜, 从而显著提升其耐磨寿命。此外, 在摩擦过程中, M4 没有出现润滑膜致密的现象, 而是直接发生纳米片外表面的相对滑移。

由于二硫化钼微球花在摩擦过程中的形貌、结构发生了显著变化, 为深入探讨其机理, 进一步对 M3 摩擦后的结构变化进行研究。M3 摩擦稳定期的磨痕截面的高分辨透射电镜照片如图 9 所示。由图可知,

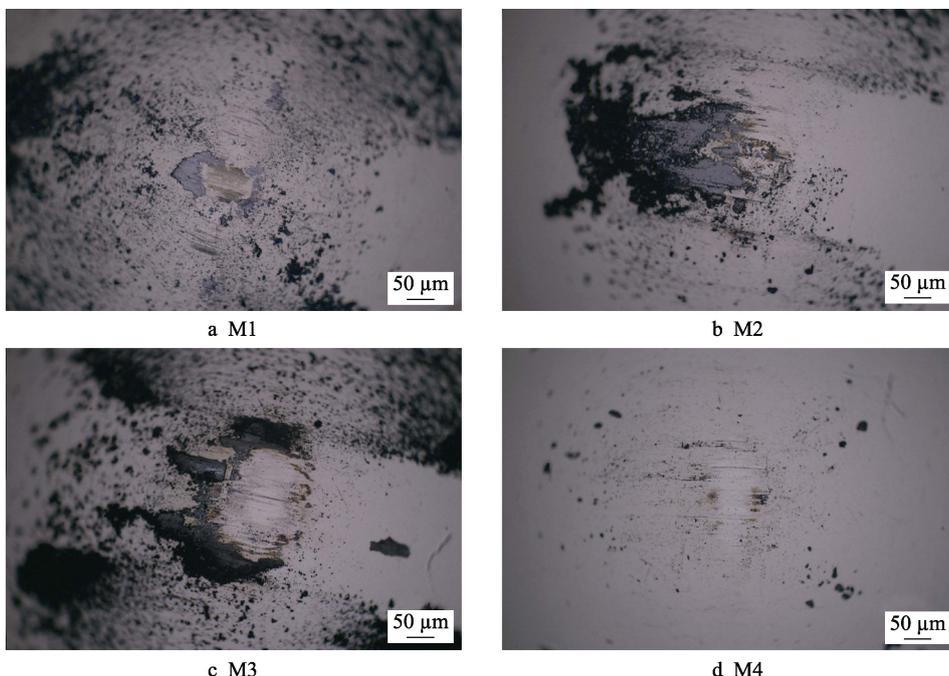


图 8 四种二硫化钼涂层在摩擦稳定期的对偶球形貌
Fig.8 Optical photographs of the friction pairs of four MoS₂ coatings in the stable friction stage

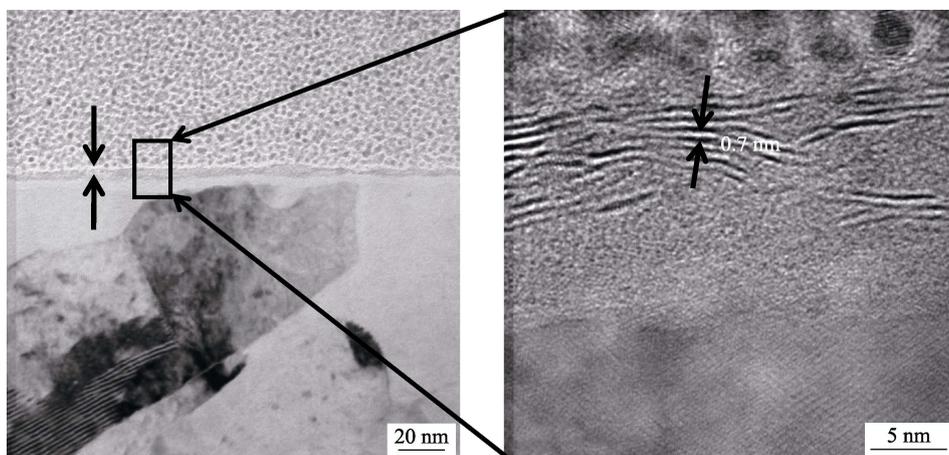


图 9 M3 摩擦稳定期磨痕截面的高分辨透射电镜照片
Fig.9 Cross-sectional HRTEM images of the wear scar on M3 in the stable friction stage

M3 摩擦界面形成了一层厚且均匀的润滑膜, 润滑膜主要由沿摩擦方向平行排布的二硫化钼纳米片组成, 并且没有观察到微球花结构, 说明由纳米片组装成的微球花结构很容易在摩擦力的作用下剥落, 剥离成纳米片, 纳米片在摩擦过程中起到润滑作用, 这一现象也与 M2 在研磨过程中会剥离成纳米片的现象一致。摩擦过程中, 摩擦界面为与摩擦方向平行排布的二硫化钼纳米片, 说明摩擦过程的主要作用机制是层状滑移机制。磨痕中的纳米片不仅层数减少, 而且尺寸也比原始微球花中的纳米片小, 说明 M3 在摩擦过程中会发生层间滑移, 导致 M3 纳米片剥离成为层数更少的纳米片, 但是纳米片在滑移过程中发生了破坏, 导致纳米片尺寸减小, 并且基底表面能明显观察到非晶结构, 进一步说明在摩擦过程中, 二硫化钼结构发生了破坏。此外, 摩擦界面的二硫化钼纳米片的层间距约为 0.7 nm, 大于原始层状结构的层间距, 进一步说明层状滑移不仅发生在纳米片的外表面, 纳米片层间也会发生滑移, 从而引起层间距增大, 一定程度减小了层间滑移阻碍, 更有利于层状滑移, 使其具有低的摩擦系数。

3 结论

本文使用喷涂技术制备了四种不同结构的二硫化钼涂层, 对比研究了四种样品的摩擦学性能, 对其摩擦前后的结构变化展开了研究, 分析了尺寸和结构对二硫化钼摩擦学性能以及滑移机制的影响, 结论如下:

1) 纳米二硫化钼的摩擦学性能远好于块状二硫化钼, 尺寸越小、层数越少的样品, 其耐磨寿命越好。其中, 尺寸最小、层数最薄的 M4 摩擦学性能最好, 不仅摩擦系数最小且平稳, 其耐磨寿命也最长。

2) 二硫化钼微球花在力的作用下很容易剥离成纳米片, 这些剥离下来的纳米片在摩擦过程中起润滑作用, 摩擦过程会使纳米片层间距变大, 有利于层层滑移。

3) 与大尺寸的二硫化钼相比, 纳米二硫化钼更容易铺展, 形成较厚的润滑膜, 因此耐磨寿命更长。此外, 层数较薄的二硫化钼更易发生层外滑移, 层外滑移的阻碍更小, 更有利于延长其耐磨寿命。

参考文献:

[1] CHO M H, JU J, KIM S J, et al. Tribological properties of solid lubricants (graphite, Sb_2S_3 , MoS_2) for automotive brake friction materials[J]. *Wear*, 2006, 260(7-8): 855-860.
 [2] SAVAN A, PFLUGER E, VOUMARD P, et al. Modern solid lubrication: recent developments and applications of MoS_2 [J]. *Lubrication science*, 2000, 12(2): 185-203.

[3] 焦莎, 于建政, 刘燕, 等. 二硫化钼固体干膜润滑涂层的性能对比研究[J]. *表面技术*, 2018, 47(5): 215-219.
 JIAO Sha, YU Jian-zheng, LIU Yan, et al. Comparative study on coating performance of MoS_2 lubricant solid film[J]. *Surface technology*, 2018, 47(5): 215-219.
 [4] OVIEDO J P, KC S, LU N, et al. In situ TEM characterization of shear-stress-induced interlayer sliding in the cross section view of molybdenum disulfide[J]. *ACS nano*, 2015, 9(2): 1543-1551.
 [5] MARCHETT D, FESER T, DIENWIEBEL M. Microscale study of frictional properties of graphene in ultra high vacuum[J]. *Friction*, 2015, 3(2): 161.
 [6] SONG H, JI L, LI H, et al. Self-forming oriented layer slip and macroscale super-low friction of graphene[J]. *Applied physics letters*, 2017, 110(7): 073101.
 [7] HU X. On the size effect of molybdenum disulfide particles on tribological performance[J]. *Industrial lubrication and tribology*, 2005, 57(6): 255-259.
 [8] TANG G, ZHANG J, LIU C, et al. Synthesis and tribological properties of flower-like MoS_2 microspheres[J]. *Ceramics international*, 2014, 40(8): 11575-11580.
 [9] WANG Y, DU Y, DENG J, et al. Friction reduction of water based lubricant with highly dispersed functional MoS_2 nanosheets[J]. *Colloids and surfaces A: Physicochemical and engineering aspects*, 2019, 562: 321-328.
 [10] CHEN J, LI S L, XU Q, et al. Synthesis of open-ended MoS_2 nanotubes and the application as the catalyst of methanation[J]. *Chemical communications*, 2002, 16: 1722-1723.
 [11] LI N, CHAI Y, LI Y, et al. Ionic liquid assisted hydrothermal synthesis of hollow vesicle-like MoS_2 microspheres[J]. *Materials letters*, 2012, 66(1): 236-238.
 [12] PARK S K, YU S H, WOO S, et al. A facile and green strategy for the synthesis of MoS_2 nanospheres with excellent Li-ion storage properties[J]. *CrystEngComm*, 2012, 14(24): 8323-8325.
 [13] WU Z, WANG D, SUN A. Preparation of MoS_2 nanoflakes by a novel mechanical activation method[J]. *Journal of crystal growth*, 2010, 312(2): 340-343.
 [14] ZHANG X, HUANG X, XUE M, et al. Hydrothermal synthesis and characterization of 3D flower-like MoS_2 microspheres[J]. *Materials letters*, 2015, 148: 67-70.
 [15] ZHOU X, XU B, LIN Z, et al. Hydrothermal synthesis of flower-like MoS_2 nanospheres for electrochemical supercapacitors[J]. *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 2014, 14(9): 7250-7254.
 [16] WANG X, ZHANG Z, CHEN Y, et al. Morphology-controlled synthesis of MoS_2 nanostructures with different lithium storage properties[J]. *Journal of alloys and compounds*, 2014, 600: 84-90.

- tribological performance of AISI 316 stainless steel[J]. *Materials*, 2016, 9(11): 1-26.
- [14] 李忆莲, 崔振铎, 吴秉民. 弹簧低温渗氮层组织与疲劳性能研究[J]. *金属热处理*, 1994(9): 17-21.
LI Yi-lian, CUI Zhen-duo, WU Bing-min. Study on structure of low temperature nitriding layer and property of spring[J]. *Heat treatment of metals*, 1994(9): 17-21.
- [15] 聂婷婷. 基于 ASPN 的不锈钢表面复合共渗层组织结构和性能研究[D]. 太原: 太原理工大学, 2017.
NIE Ting-ting. Microstructure and properties of co-alloyed layers on stainless steel based on ASPN[D]. Taiyuan: Taiyuan University of technology, 2017.
- [16] 温诗铸, 黄平. 摩擦学原理[M]. 北京: 清华大学出版社, 2002: 302-303.
WEN Shi-zhu, HUANG Ping. Principles of tribology[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 2002: 302-303.
- [17] 赵兴中, 刘家浚, 朱宝亮, 等. 不同摩擦副中 Si_3N_4 陶瓷摩擦磨损特性研究[J]. *润滑与密封*, 1996(4): 11-16.
ZHAO Xing-zhong, LIU Jia-jun, ZHU Bao-liang, et al. Wear characteristics of Si_3N_4 ceramic sliding against different metals[J]. *Lubrication engineering*, 1996(4): 11-16.
- [18] 连峰, 张会臣, 庞连云. Ti6Al4V 表面激光织构化及其干摩擦特性研究[J]. *润滑与密封*, 2011, 36(9): 1-5.
LIAN Feng, ZHANG Hui-cheng, PANG Lian-yun. Laser texture manufacturing on Ti6Al4V surface and its dry tribological characteristics[J]. *Lubrication engineering*, 2011, 36(9): 1-5.
- [19] 姜爱龙, 张平则, 黄俊. TC11 钛合金表面渗锆层组织及其摩擦学性能[J]. *机械工程材料*, 2011, 35(9): 14-17.
JIANG Ai-long, ZHANG Ping-ze, HUANG Jun. Microstructure and tribological properties of Zr permeating layer on TC11 titanium alloy surface[J]. *Materials for mechanical engineering*, 2011, 35(9): 14-17.
- [20] SEDLAČEK M, PODGORNİK B, RAMALHO A, et al. Influence of geometry and the sequence of surface texturing process on tribological properties[J]. *Tribology international*, 2017, 115: 268-273.
- [21] 吴红艳, 张跃文, 黄珂, 等. TC4 钛合金表面渗锆层的显微组织与摩擦磨损性能[J]. *机械工程材料*, 2016, 40(5): 77-80.
WU Hong-yan, ZHANG Yue-wen, HUANG Ke, et al. Microstructure and friction and wear properties of Zr-alloyed layer on TC4 titanium alloy surface[J]. *Materials for mechanical engineering*, 2016, 40(5): 77-80.

(上接第 140 页)

- [17] HU K H, HU X G, XU Y F, et al. The effect of morphology on the tribological properties of MoS_2 in liquid paraffin[J]. *Tribology letters*, 2010, 40(1): 155-165.
- [18] VATTIKUTI S V P, BYON C, REDDY C V, et al. Synthesis and structural characterization of MoS_2 nanospheres and nanosheets using solvothermal method[J]. *Journal of materials science*, 2015, 50(14): 5024-5038.
- [19] RABASO P, VILLE F, DASSENOY F, et al. Boundary lubrication: Influence of the size and structure of inorganic fullerene-like MoS_2 nanoparticles on friction and wear reduction[J]. *Wear*, 2014, 320: 161-178.
- [20] RAPOPORT L, FLEISCHER N, TENNE R. Fullerene-like WS_2 nanoparticles: Superior lubricants for harsh conditions[J]. *Advanced materials*, 2003, 15(7-8): 651-655.
- [21] HU K H, HU X G, XU Y F, et al. The effect of morphology on the tribological properties of MoS_2 in liquid paraffin[J]. *Tribology letters*, 2010, 40(1): 155-165.
- [22] KALIN M, KOGOVSJEK J, REMSKAR M. Mechanisms and improvements in the friction and wear behavior using MoS_2 nanotubes as potential oil additives[J]. *Wear*, 2012, 280: 36-45.
- [23] RAPOPORT L, FLEISCHER N, TENNE R. Applications of WS_2 (MoS_2) inorganic nanotubes and fullerene-like nanoparticles for solid lubrication and for structural nanocomposites[J]. *Journal of materials chemistry*, 2005, 15(18): 1782-1788.
- [24] VATTIKUTI S V P, BYON C, REDDY C V, et al. Synthesis and structural characterization of MoS_2 nanospheres and nanosheets using solvothermal method[J]. *Journal of materials science*, 2015, 50(14): 5024-5038.
- [25] YI M, ZHANG C. The synthesis of MoS_2 particles with different morphologies for tribological applications[J]. *Tribology international*, 2017, 116: 285-294.
- [26] DENG W, LI S, LIU X, et al. A novel approach to fabricate hybrid materials with excellent tribological properties from spray-formed ceramic[J]. *Materials letters*, 2017, 193: 199-202.
- [27] RAN F, LIU H, WANG X, et al. A novel molybdenum disulfide nanosheet self-assembled flower-like monolithic sorbent for solid-phase extraction with high efficiency and long service life[J]. *Journal of chromatography A*, 2017, 1507: 18-24.