

# 脉冲磁控溅射 MoS<sub>2</sub> 涂层的组织结构及摩擦学性能

但 敏, 罗蓉蓉, 周 毅, 李 建, 金凡亚

(核工业西南物理研究院, 四川 成都 610041)

**摘 要:** 采用单极性脉冲磁控溅射技术在 A286 基体表面制备 MoS<sub>2</sub> 低摩擦系数涂层(LFC)。利用 XRD、SEM 等手段表征涂层的成分与微观组织; 采用原位纳米力学测试系统、球-盘式摩擦磨损试验机分析涂层的力学和摩擦学性能, 并探讨了脉冲偏压对涂层结构、力学和摩擦学性能的影响。结果表明, 脉冲偏压由 300 V 增加到 600 V, MoS<sub>2</sub> 涂层择优取向发生了(002)向(100)转变, 当脉冲偏压增至 800 V 时又恢复(002)择优取向; 随着脉冲偏压的增加, 涂层的硬度及弹性模量出现先减小后增大趋势, 摩擦系数在 0.065~0.076 范围内波动, 呈现出先增大后减小趋势; 偏压为 800 V 的涂层摩擦学性能最佳, 其磨损率仅为基体的 13.5%。

**关键词:** 单极性脉冲磁控溅射; MoS<sub>2</sub>; 力学性能; 摩擦学性能

**中图分类号:** TG132.3<sup>+</sup>2; O539

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2019)08-2716-07

聚变能是目前认识到的可以最终解决人类能源和环境问题的最重要的途径之一, 具有无限资源、安全可靠、无环境污染等优势<sup>[1]</sup>。国际热核聚变实验堆(international thermonuclear experimental reactor, ITER)计划是目前全球规模最大、影响最深远的国际科研合作项目之一<sup>[2]</sup>。

屏蔽包层<sup>[3,4]</sup>是 ITER 的重要组成部分之一, 将承载聚变反应过程中的高热及中子辐照, 在屏蔽包层构件中, 针对第一壁连接件中所包含的中心螺栓、电连接带及第一壁垫片等存在着大量的配合面, 这些配合面长期工作在高真空和超大载荷下, 接触面会发生咬死及滑动摩擦损耗, 为增加设备运行的可行性、安全性以及可维修性, 现役聚变装置中多采用异种金属作为配合, 但不能从根本上解决恶劣工况下的咬死和粘结可能性, 因此需要在配合面表面沉积一层低摩擦系数涂层(LFC)<sup>[5]</sup>降低此类金属连接件组装/拆卸时螺栓的扭转力、可能的粘结及操作负荷, 并最大限度地减少因挤压、碰撞引起的磨损和由此引起的等离子体污染。

硫化物(FeS<sup>[6]</sup>、WS<sub>2</sub><sup>[7]</sup>和 MoS<sub>2</sub><sup>[8,9]</sup>)是固体润滑材料中一种重要的材料, 由于具有较高的承载能力, 可用于超真空、超高温、超低温、超高速、强辐射和干摩擦等极限环境, 20 世纪 60 年代以美国和前苏联为首便开展了大量固体润滑方面的深入研究, 并成功应用于空间站系统、载人飞船发动机轴承、太阳帆板展开机构、机械

臂转动机构以及导弹滚动轴承和卫星扫描机构, 其中由于 MoS<sub>2</sub> 具有典型“三明治”层状结构, 且相邻的 S 原子层之间靠范德华力结合, 分子界面层间易产生滑移而表现出良好润滑性能, 应用最为广泛, 近年来被用来改善很多聚变装置关键部件的摩擦性能, 如: ITER 超导磁体中支撑结构采用二硫化钼减小线圈盒与支撑结构之间摩擦热和粘接滑移<sup>[10]</sup>; 德国仿星器核融合设备 W7-X 采用二硫化钼作为狭窄支撑(NSE)球形表面之间的润滑材料<sup>[11]</sup>; 中国科学院等离子体物理所全超导托卡马克核聚变实验装置(EAST)采用二硫化钼避免真空室内试验时应力过大对热沉材料造成的破坏等。

基于此, 根据 ITER 采购包安排协议(procurement arrangement, PA)对涂层测试要求, 为了制备满足 ITER 屏蔽包层结构件的固体润滑涂层, 本研究选用单极性脉冲式磁控溅射方法, 以第一壁连接件中常用材料 A286 镍基合金为研究对象, 考察沉积参数对二硫化钼性能的影响, 期待为未来聚变装置工业生产应用提供技术指导。

## 1 实 验

采用自行研制的多功能高真空复合离子镀膜系统制备 MoS<sub>2</sub> 涂层。本实验采用单极性脉冲磁控溅射系统, 以 MoS<sub>2</sub> (纯度≥99.5%) 为溅射靶材, 以镍基合金 A286 为基底, 沉积涂层之前将基底加工成  $\Phi 25 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$

收稿日期: 2018-08-16

基金项目: 四川省青年科技创新研究团队专项计划项目(2016TD0015); 四川省重点研发项目(18ZDYF2436)

作者简介: 但 敏, 女, 1978 年生, 博士, 副研究员, 核工业西南物理研究院, 四川 成都 610041, 电话: 028-82820977, E-mail: danmin027@126.com

的试样, 分别用汽油、丙酮和无水乙醇超声波清洗各 10 min, 并以干燥氮气吹干后将其固定在样品台上。

将真空抽至  $5.0 \times 10^{-3}$  Pa, 通入氩气(纯度为 99.999%)采用霍尔离子源溅射清洗基底 20 min, 后调节 Ar 气使工作气压维持在 0.15 Pa, 并在样品表面沉积 6 min 左右的 MoS<sub>2</sub> 过渡层, 以增强膜基结合力, 在制备涂层时溅射功率保持在 2.5 kW, 基底与靶之间施加 50 V 直流偏压, 100, 300, 600, 800 V 脉冲偏压及 15% 脉冲占空比。样品编号和对应的参数见表 1。

涂层采用 X 射线衍射仪(X'Pert PRO)进行物相分析, 选用的辐射源为铜 K $\alpha$ ,  $\lambda = 1.540$  nm, 管电压 40 kV, 管电流 30 mA, 采用连续扫描的方式,  $2\theta$  角扫描范围  $10^\circ \sim 90^\circ$ , 以 Omega 扫描方式, 采用 Sin<sup>2</sup>(Psi)法获得涂层残余应力; 采用热场发射扫描电镜( $\Sigma$ IGMA)观察涂层摩擦磨损前后的表面组织形貌。

采用纳米力学测试系统(Hysitron TI-900 TriboIndenter)测定了涂层的硬度和弹性模量, 试验中使用的压头为三棱锥金刚石探头(Berkovich 类型), 弹性模量为 1141 GPa, 泊松比为 0.07, 因涂层厚度  $\sim 3$   $\mu\text{m}$ , 故测试时最大压入深度固定为 200 nm, 加-卸载的速率为 10 nm/s, 保持时间为 2 s, 为减小误差, 每个样品测试 10 次。

采用球-盘式摩擦磨损试验机(CSMMS-T3000)在大气环境下(温度为  $20 \sim 25$   $^\circ\text{C}$ , 相对湿度为  $20\% \sim 30\%$ )表征涂层的摩擦学性能, 测定采用旋转式滑动, 转盘转速 10 r/min, 法向载荷 1300 g (接触赫兹应力约 1000 MPa), 磨痕半径 3 mm, 测试时间 60 min, 对偶球为 6 mm 的 GCr15 钢球(HRC62); 采用台阶仪(KLA-TENCOR alphastep D-300)测定磨损试样的磨痕宽度及磨痕深度, 并根据公式  $w = V/(NL)$  计算磨损率<sup>[12]</sup>, 其中  $w$  为磨损率, 单位为  $\text{mm}^3/(\text{N}\cdot\text{m})$ ,  $V$  是磨损体积, 单位为  $\text{mm}^3$ ,  $N$  是法向载荷, 单位为 N,  $L$  是滑动距离, 单位为 m, 每条磨痕 5 个采样点。

## 2 结果与结论

### 2.1 涂层的微观结构

图 1 是不同工艺条件下在 A286 基底上制备的 MoS<sub>2</sub> 涂层 XRD 图谱。由图可知, 所制备的涂层均属

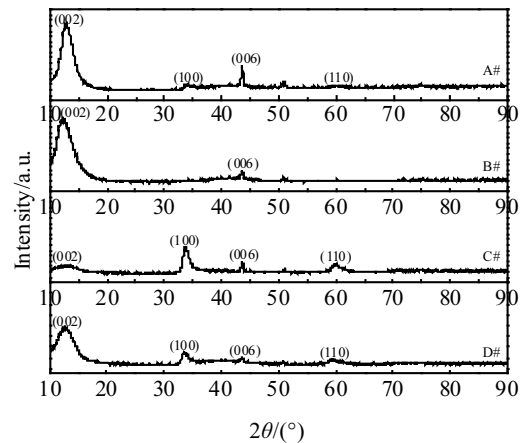


图 1 不同工艺下 MoS<sub>2</sub> 涂层的 XRD 图谱

Fig.1 XRD patterns of MoS<sub>2</sub> coatings with different process parameters

于六方晶系结构, 且是取向混合的纳米多晶态结构(空间群为 P6<sub>3</sub>/mmc(194)), 4 个衍射峰分别对应米勒指数为(002)、(100)、(006)和(110)。在不同溅射偏压下(A#、B#、C#、D#), 衍射峰的半峰宽和峰位均有所不同, 涂层存在很强的织构, 偏压低于 300 V 时, MoS<sub>2</sub> 涂层为(002)面择优取向, 偏压由 300 V 增加到 600 V, MoS<sub>2</sub> 涂层择优取向发生了(002)向(100)转变, 当脉冲偏压增至 800 V 时又恢复(002)择优取向。

根据薄膜生长理论中能量最低原理, 表面能与应变能总和为最小值取向的晶面将择优生长<sup>[13]</sup>。当涂层内应力较小, 表面能较小的晶面将择优生长; 当涂层内应力增加, 应变能较小的晶面将择优生长。六方晶系结构的 MoS<sub>2</sub> 涂层易出现(002)或(100)面择优取向, 在偏压较低情况下, (002)面表面能( $24 \times 10^{-3}$  J/m<sup>2</sup>)相对(100)面( $0.7$  J/m<sup>2</sup>)较低, 使得晶体(100)方向生长及结晶受到抑制, 从而促进较密排面(002)方向择优生长; 当脉冲偏压增至 600 V, 离子轰击能量增强, 涂层内晶格畸变增加, 内应力表现为拉应力, 且随之增大, 涂层倾向于(100)的择优生长; 随着脉冲偏压继续升高至 800 V, 离子轰击能量持续增强, 使得载能离子对涂层表面“锤打”效应增加, 涂层的内应力由较高的拉应力转变为压应力, 涂层又恢复为表面能较小的(002)方向择优生长。

MoS<sub>2</sub> 涂层的平均晶粒尺寸  $d$  可采用 Debye-Scherrer 公式来估算:  $d = k\lambda/\beta\cos\theta$ , 式中:  $d$  为晶粒尺寸;  $k$  为常数, 值为 0.89;  $\lambda$  为入射 X 射线波长, 值为 0.154 nm;  $\beta$  为衍射峰的半高宽;  $\theta$  为布拉格角。选取 MoS<sub>2</sub> 涂层最主要生长择优取向(002)或(100)峰来计

表 1 磁控溅射实验参数

Table 1 Process parameters of magnetron sputtered MoS<sub>2</sub> films

Sample	DC bias/V	Pulse bias/V	Duty cycle factor/%
A#	50	100	15
B#	50	300	15
C#	50	600	15
D#	50	800	15

算晶粒尺寸, 可知, 脉冲偏压为 100 V 时, 涂层晶粒尺寸为 8.43 nm, 当脉冲偏压从 300 V 增加到 600 V, 涂层晶粒尺寸由 7.13 nm 增大至 12.75 nm, 这是因为涂层的生长过程为沉积与刻蚀相互竞争的结果, 当偏压较低时, 到达样品表面离子能量较低, 沉积作用占优势, 故涂层晶粒尺寸相比 300 V 时较大, 随着偏压的增大, 离子能量增大, 但吸附粒子扩散能力也随之增大, 有助于晶粒的生长; 继续增加偏压至 800 V, 晶粒尺寸又减小为 7.02 nm, 一方面因为随着负偏压的增加, 使得引入表面缺陷之中  $Ar^+$  的数量增加, 促进缺陷增加, 而缺陷位置导致临界形核功的降低大大促进了晶核形成, 因此晶粒尺寸减小, 另一方面, 增大脉冲偏压时, 沉积粒子对工件表面迁移率较高吸附原子产生较强的轰击和溅射作用, 有利于晶粒细化。

### 2.2 涂层的表面形貌

图 2 是不同脉冲偏压条件下制备的  $MoS_2$  涂层的扫描电子显微镜(SEM)表面形貌。结果表明, 4 种涂层表面均呈岛状生长模式。脉冲偏压为 100、300 V 时, 相对粗糙的表面岛呈不规则形状, 岛之间存在细小的颗粒、凹坑和沟槽, 偏压为 100 V 时, 表面颗粒尺寸约 180 nm, 偏压为 300 V 时, 表面颗粒尺寸约 150 nm; 随着脉冲偏压的升高, 粒子能量增大, 对基体的轰击作用加强, 在工件表面的迁移能增大, 使得晶粒尺寸逐渐变大, 尺寸为 200~400 nm; 偏压增至 800 V 时, 表面覆盖了一层排列紧凑密实的颗粒状晶粒, 涂层表面晶界清楚, 涂层平整度及致密度均增加, 尺寸

约为 100 nm。

图 3 是采用原位纳米力学测试系统得到的  $MoS_2$  涂层表面形貌。表 2 为测试中得到的涂层的表面粗糙度, 其中  $R_q$  为均方根粗糙度,  $R_a$  为算术平均粗糙度, 测试范围为  $900 \mu m^2$ , 从结果可以看出, 偏压为 800 V 制备的涂层致密度和平整度都优于 100、300 和 600 V, 结果与 XRD 和 SEM 测试结果一致。

### 2.3 涂层的力学性能

图 4 为采用纳米力学测试系统获得的各涂层的负载-位移曲线, 曲线反映了加载过程中涂层中的形变过程。偏压为 600 V 制备的涂层, 由于结构缺陷较多, 致密性差, 常规位错运动起主要作用, 因此弹性模量较小, 为 40.10 GPa, 硬度也最低, 仅为 1.43 GPa (见表 3); 继续增大脉冲偏压至 800 V, 晶粒尺寸减小, 根据 Hall-Petch 效应<sup>[14]</sup>可知, 晶粒细化使得晶界面积增多, 导致位错滑移空间减小, 每个晶粒中塞积的位错减少, 表现出较高的韧性, 弹性模量提高至 61.28 GPa, 同时, 涂层在生长过程中的残余应力也由拉应力转变为压应力, 使得涂层更为致密, 硬度也提高至 4.64 GPa。

表 3 中  $E_r$  为弹性模量,  $H$  为硬度,  $H/E_r$  及  $H^3/E_r^2$  值是反映涂层抵抗塑性变形的重要指标,  $H/E_r$  和  $H^3/E_r^2$  值越大, 说明涂层抵抗塑性变形能力越强, 4 种涂层的  $H/E_r$  值分别是 0.048、0.056、0.036 和 0.075,  $H^3/E_r^2$  值分别是 0.0052、0.0087、0.0018 和 0.027, 偏压为 800 V 制备的  $MoS_2$  涂层的  $H/E_r$  和  $H^3/E_r^2$  值最高, 因此具有较好的抵抗变形和断裂的能力。

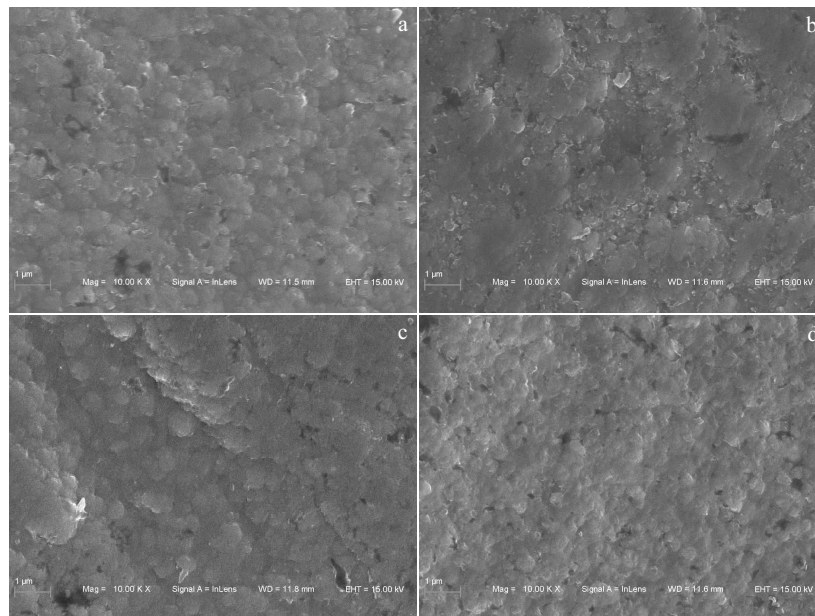


图 2 不同工艺下  $MoS_2$  涂层的 SEM 照片

Fig.2 SEM images of  $MoS_2$  coatings with different process parameters: (a) A#, (b) B#, (c) C#, and (d) D#

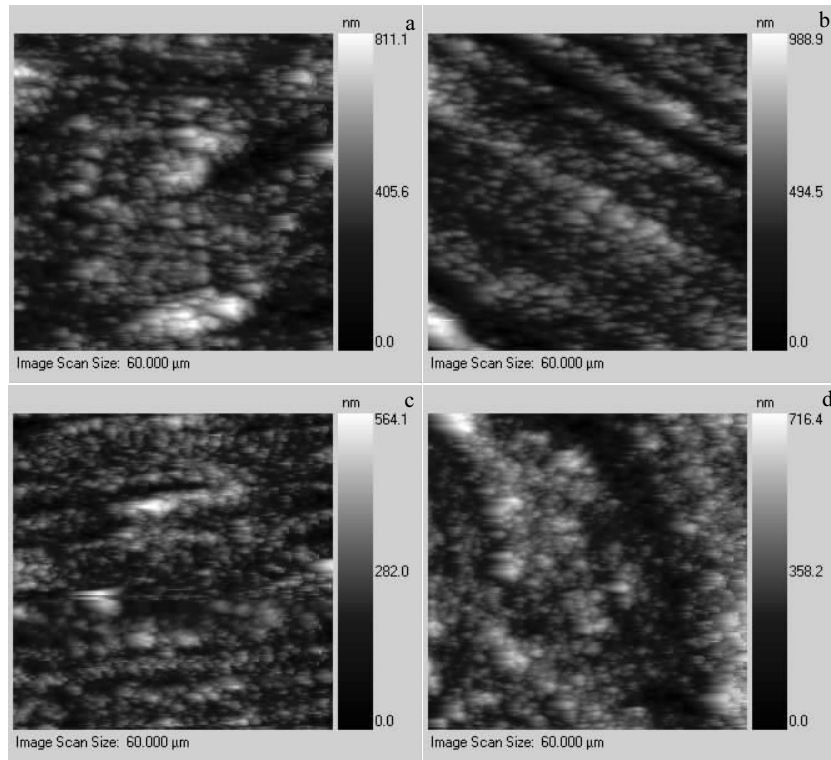


图 3 不同工艺下 MoS<sub>2</sub> 涂层的表面形貌

Fig.3 Surface morphologies of MoS<sub>2</sub> coatings with different process parameters: (a) A#, (b) B#, (c) C#, and (d) D#

表 2 MoS<sub>2</sub> 涂层表面粗糙度  
Table 2 Surface roughness of MoS<sub>2</sub> films

Sample	Projected area/ $\mu\text{m}^2$	$R_q/\text{nm}$	$R_a/\text{nm}$
A#	900	221.703	171.710
B#	900	212.750	164.776
C#	900	289.321	215.208
D#	900	114.189	95.3696

表 3 不同工艺条件下 MoS<sub>2</sub> 涂层的力学性能  
Table 3 Mechanical properties of MoS<sub>2</sub> coatings with different process parameters

Sample	$E_t/\text{GPa}$	$H/\text{GPa}$	$H/E_t$	$H^3/E_t^2$
A#	46.78	2.25	0.048	0.0052
B#	49.89	2.79	0.056	0.0087
C#	40.10	1.43	0.036	0.0018
D#	61.28	4.64	0.075	0.0270

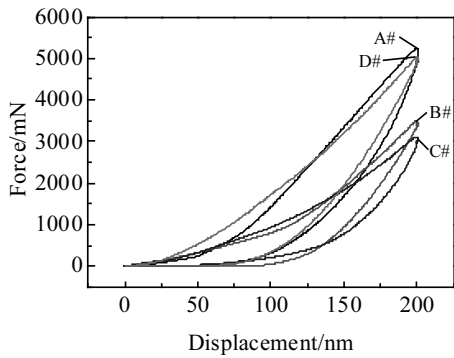


图 4 工艺对 MoS<sub>2</sub> 涂层载荷-位移曲线的影响

Fig.4 Effects of process parameters on load-displacement curves of MoS<sub>2</sub> coatings

### 2.4 涂层的摩擦学性能

图 5 给出了不同脉冲偏压下沉积 MoS<sub>2</sub> 涂层在大气环境下载荷为 1300 g(接触赫兹应力约 1000 MPa)下的摩擦曲线图。从图 5 可以看出,当滑行至 1320 s,距离 2.83 m 时,基体材料摩擦系数出现阶越式增大,并在 0.24~0.33 区间波动;4 种涂层在磨损初始阶段(0~300 s)的摩擦系数缓慢上升,随后各涂层摩擦系数均有下降,主要是在初期跑合阶段形成了有效的转移膜,减小了对偶接触面的粗糙度及接触面的剪切强度;进入稳定阶段后,偏压为 600 V 下制备的涂层运转过程不平稳,摩擦系数呈增长趋势,且波动较大,全过程平均摩擦系数为 0.076,偏压为 600 V 时涂层因为内应力增加,倾向于(100)解理面择优生长,(100)

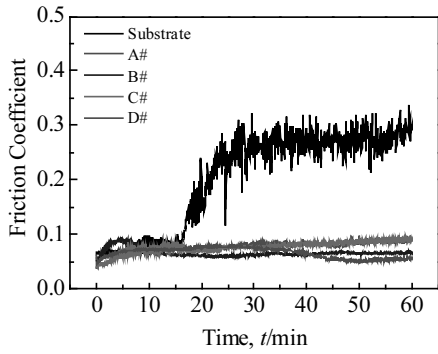


图 5 不同工艺条件下 MoS<sub>2</sub> 涂层的摩擦系数

Fig.5 Friction coefficients of MoS<sub>2</sub> coatings with different process parameters

解理面是沿 Mo-S 断裂的极性面, 由于层内 S-Mo-S 键能较大, 在摩擦磨损时层间滑移阻力较大, 另一方面, 涂层表面组织缺陷使得磨损部位粗糙度和接触面积升高, 也加大了摩擦过程中的阻力; 偏压为 100、300 V 制备的涂层在稳定阶段摩擦系数相对较平稳, 平均摩擦系数分别为 0.069、0.065, 而偏压为 800 V 制备的涂层的摩擦系数经跑合阶段增加到 0.07 后, 在滑行距离达到 8.48 m 时, 又逐渐下降至 0.05 并趋于平稳, 可能是因为, 对偶件和样品表面相对滑动过程中, 在摩擦剪切力和法向载荷的作用下, MoS<sub>2</sub> 转移到对偶球与样品接触区域部位上, 使对偶球与样品之间的摩擦表现为对偶球表面上 MoS<sub>2</sub> 转移分子层与未转移的分子层之间的库仑力, 另一方面, 偏压为 100、300 和 800

V 制备的涂层倾向于(002)面择优生长, 该面是垂直于 c 轴的非极性面, 分子层间靠范德华力结合, 当受到剪切力时易于滑动, 所以摩擦系数较偏压为 600 V 时制备的涂层小。同时, 脉冲偏压为 800 V 制备的涂层较 300 V 致密, 可缓解涂层内应力及层间界面应力, 降低塑性变形和对偶球的接触磨损, 从而降低涂层的摩擦系数。

图 6 为对偶球和样品经过摩擦磨损试验后二维摩擦痕轮廓图, 图 7 为样品及对偶球表面磨痕形貌, 表 4 为摩擦副 EDS 能谱分析, 表 5 为不同工艺参数涂层的摩擦学性能, 其中  $\mu_{max}$  为摩擦磨损过程中最大摩擦系数,  $\mu_{ave}$  为平均摩擦系数。可以看出, 基体抗承载能力较差, 磨损深度较深, 宽度较宽, 而沉积 MoS<sub>2</sub> 涂

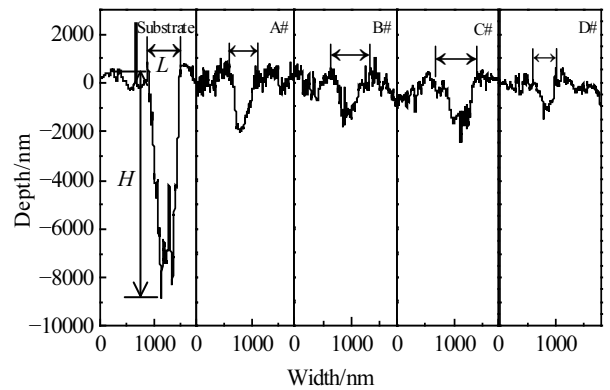


图 6 不同工艺条件下 MoS<sub>2</sub> 涂层的磨痕截面轮廓图

Fig.6 Profiles of cross sectioned worn surfaces of MoS<sub>2</sub> coatings

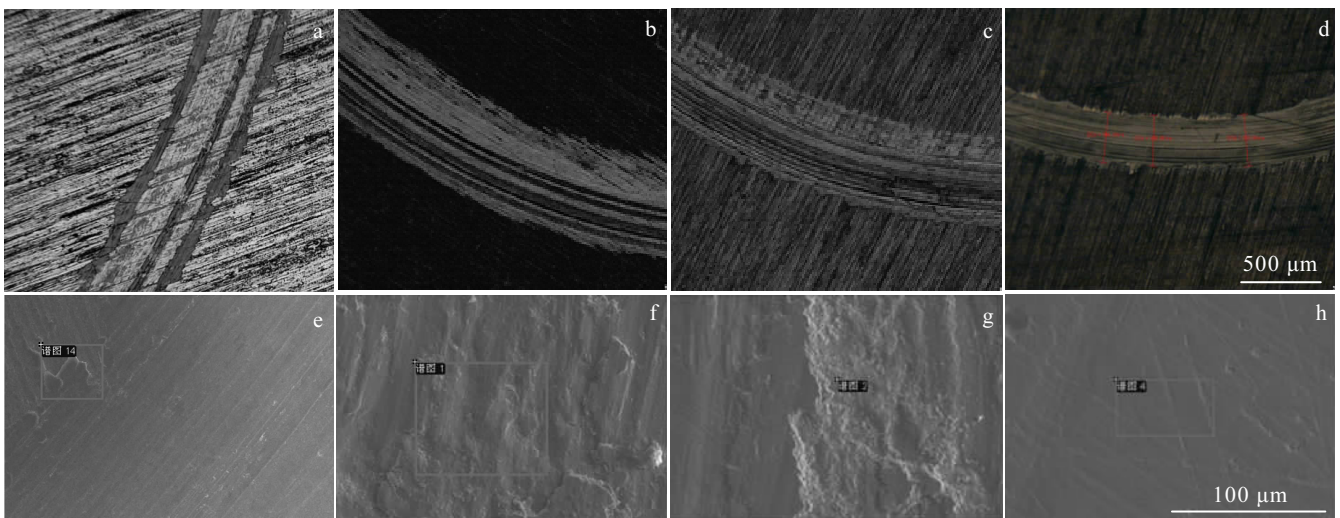


图 7 样品及对偶球表面磨痕形貌

Fig.7 Surface morphologies of MoS<sub>2</sub> coatings (a~d) and friction pair (e~h) at different pulsed bias:

(a, e) 100 V, (b, f) 300 V, (c, g) 600 V, and (d, h) 800 V

层后的样品磨痕深度、宽度及磨损率都明显小于基体。4 种不同的沉积工艺参数相比较, 偏压为 600 V 制备的涂层, 磨损率为基体的 27.3%, 在磨擦区域能观察到明显犁沟, 据前面分析可知该工艺参数下涂层具有明显的(100)面择优取向, 且表面晶粒较大, 对偶球与涂层表面较大的晶体颗粒之间形成相互机械胶合, 两者在相互滑动过程中易产生游离颗粒磨屑, 堆积在磨痕内, 致使磨损增大, 磨斑的增大同时也加剧了磨损效果, 磨痕表面较为粗糙, 而形成深浅不一的犁沟。偏压为 100、300 和 800 V 制备的涂层, 如表 4 所示, 在对偶球的磨损区域内检测到除 GCr15 基体外的 S、Mo 元素, 由于对偶球不含 S、Mo 元素, 可判断该元素来自于磨损过程中的涂层材料转移, 且这 2 种参数下的涂层具有 (002) 密排面择优取向, 在由于摩擦导致的塑性变形过程中沿原子最密集的晶面发生滑移, 而使摩擦副间的直接摩擦转化成了 MoS<sub>2</sub> 分子层间的相对滑移, 有效地降低了接触区的交变剪应力, 大幅降低了表面磨损率; 如表 5 所示, 偏压为 100 V 制备的涂层其磨损率为基体的 23.78%, 偏压为 300 V 制备的涂层其磨损率为基体的 23.3%; 偏压为 800 V 制备的涂层由于表面光滑致密, 仅出现轻微的擦伤, 磨损深度最浅, 具有更小的平均摩擦系数(0.066)和磨损率( $5.20 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/(\text{N}\cdot\text{m})$ ), 其磨损率仅为基体的 13.5%, 说明该偏压下制备的涂层在大气环境下磨损性能远远优于其他偏压下制备的涂层。

表 4 摩擦副 EDS 能谱分析

Table 4 EDS analysis of friction pair (wt%)

Sample	O	Al	Ti	Fe	S	Mo
A#	4.87	2.08	42.15	42.31	2.55	6.04
B#	4.26	2.12	40.19	42.88	3.04	7.51
C#	10.70	3.22	39.11	44.78	-	2.19
D#	3.35	2.63	37.67	43.33	3.68	9.34

表 5 不同工艺条件下 MoS<sub>2</sub> 涂层的摩擦学性能Table 5 Tribological properties of MoS<sub>2</sub> coatings with different process parameters

Sample	$\mu_{\max}$	$\mu_{\text{ave}}$	$L/\mu\text{m}$	$H/\mu\text{m}$	$V/\text{mm}^3$	$W/\times 10^{-5} \text{ mm}^3 \cdot (\text{N}\cdot\text{m})^{-1}$
Substrate	0.337	0.204	602	9.077	0.056	38.4
A#	0.096	0.069	532	2.427	0.013	9.13
B#	0.093	0.065	579	2.082	0.013	8.94
C#	0.097	0.076	756	2.583	0.015	10.4
D#	0.081	0.066	485	1.179	0.007	5.20

### 3 结 论

1) 涂层为混合纳米多晶态结构, 脉冲偏压由 100、300 V 增加到 600 V 时, MoS<sub>2</sub> 涂层择优取向发生了(002)向(100)转变, 当脉冲偏压增至 800 V 时又恢复(002)择优取向。

2) 偏压为 800 V 制备的涂层弹性模量为 61.28 GPa, 硬度为 4.64 GPa, 表现出良好的力学性能。

3) 涂层在大气中的磨损率和摩擦系数随脉冲偏压的增加呈现先增大后减小趋势, 偏压为 800 V 下制备的涂层表现出最佳的耐磨性能, 摩擦系数为 0.066, 磨损率为  $5.20 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/(\text{N}\cdot\text{m})$ 。

#### 参考文献 References

- [1] Yang Fazhan(杨发展), Shen Liru(沈丽如), Jin Fanya(金凡亚) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(12): 3972
- [2] Li Jianfeng, Zhang Pingxiang, Liu Xianghong et al. *Physica C: Superconductivity*[J], 2008, 468(15-20): 1840
- [3] Wu Xinghua(武兴华), Wang Xiaoyu(王晓宇). *Nuclear Fusion and Plasma Physics*(核聚变与等离子体物理)[J], 2016, 36(2): 143
- [4] Yang Qi(杨琪), Li Bin(李斌), Zheng Jian(郑剑) et al. *Chinese Journal of Nuclear Science and Engineering*(核科学与工程)[J], 2016(2): 205
- [5] Xu Jin(徐进), Zhu Minmin(朱旻昊), Chen Jianmin(陈建敏) et al. *Tribology*(摩擦学学报)[J], 2004, 24(3): 230
- [6] Shi Wankai(石万凯), Li Ning(李宁), Han Zhenhua(韩振华). *Journal of Chongqing University of Technology*(重庆理工大学学报)[J], 2015, 29(9): 48
- [7] Tian Xuemei(田雪梅), Tian Min(田闽), Qiao Hongbin(乔红斌). *Materials Protection*(材料保护)[J], 2017, 50(9): 19
- [8] Yang Ruijie(杨瑞杰), Ye Yinping(冶银平), Wan Hongqi(万宏启) et al. *Tribology*(摩擦学学报)[J], 2011, 31(3): 278
- [9] Li Qi(李琪), Dai Mingjiang(代明江), Wei Chunbei(韦春贝) et al. *Surface Technology*(表面技术)[J], 2017, 46(1): 111
- [10] Hathiramani D, Lingertat J, Van Eeten P et al. *Fusion Engineering and Design*[J], 2009, 84(2-6): 899
- [11] Koch F, Nocentini R, Heinemann B et al. *Fusion Engineering and Design*[J], 2007, 82(5-14): 1614
- [12] Li Wanzhong(李万钟), Xu Yingqiang(徐颖强), Sun Jian(孙戩) et al. *China Surface Engineering*(中国表面工程)[J], 2017, 30(1): 125
- [13] Liang Rou(梁柔), Xu Xuebo(徐雪波), Bao Mingdong(鲍明东) et al. *Ordnance Material Science and Engineering*(兵器

材料科学与工程[J], 2011, 34(2): 73

*Materials and Engineering*[J], 2017, 46(10): 2857

[14] Jin Qiaoling, Wang Haidou, Li Guolu *et al.* *Rare Metal*

## Structure and Tribological Properties of MoS<sub>2</sub> Films Deposited by Unipolar Pulse Magnetron Sputtering

Dan Min, Luo Rongrong, Zhou Yi, Li Jian, Jin Fanya  
(Southwestern Institute of Physics, Chengdu 610041, China)

**Abstract:** MoS<sub>2</sub> films were prepared on A286 substrate by unipolar pulse magnetron sputtering. The morphology, microstructure and composition of the films were characterized by scanning electron microscopy, X-ray diffractometer. The mechanical properties and tribological behavior in air of the films were investigated by nano-indentation tester and ball-on-disc tribotester. The effects of pulsed bias on microstructure, mechanical properties and tribological properties of MoS<sub>2</sub> Films were analyzed. The results show that the preferential orientation of coatings changes from (002) to (100) in advance with the pulse bias voltage increasing from 300 V to 600 V. When the pulse bias voltage increase to 800 V, the preferential orientation renews to (002), and the film is of smooth and compact structure. With the pulse bias voltage increasing, the hardness and elastic modulus decrease firstly and increase afterward. The friction coefficient fluctuates in the range of 0.065~0.076 and shows the tendency of increasing firstly and decreasing afterward. When the bias voltage is 800 V, the friction performance is the best. The wearing rate is only 13.5% of the substrate, showing the lower friction coefficient and the good wearing resistance.

**Key words:** unipolar pulse magnetron sputtering; MoS<sub>2</sub>; mechanical property; tribological property

---

Corresponding author: Dan Min, Ph. D., Associate Research Fellow, Southwestern Institute of Physics, Chengdu 610041, P. R. China, Tel: 0086-28-82820977, E-mail: danmin027@126.com