

# 离子束辅助沉积 $WS_2$ - Ti - Ag 复合薄膜的摩擦性能

郭毓峰<sup>1</sup> 邱维维<sup>2</sup>

(1 国家国防科技工业局,北京 100037)

(2 北京机械工业自动化研究所,北京 100120)

**文 摘** 采用 ZDH - 100 型号离子束复合沉积设备沉积  $WS_2$  - Ti - Ag 复合薄膜,基材为轴承钢和单晶硅(100)。采用场发射扫描电子显微镜、XRD 衍射仪,检测复合薄膜的表面形貌、微观结构。采用球 - 盘式摩擦磨损试验机,对复合薄膜在大气环境中的摩擦性能进行了研究。结果表明:采用离子束辅助沉积技术制备的  $WS_2$  - Ti - Ag 复合薄膜是非晶态薄膜;并且随法向载荷的增加,复合薄膜的摩擦因数减小,摩擦状态越稳定,耐磨寿命越短。

**关键词** 离子束辅助沉积,复合薄膜,摩擦磨损

## Tribological Properties of $WS_2$ - Ti - Ag Composite Films Deposition With Assist of In Beam

Guo Yufeng<sup>1</sup> Qiu Weiwei<sup>2</sup>

(1 National Defense Science Technology and Industry Bureau, Beijing 100037)

(2 Beijing Research Institute of Automation for Machinery Industry, Beijing 100120)

**Abstract** In beam assisted deposition equipment (ZDH - 100) was used to prepare  $WS_2$  - Ti - Ag composite films with the substrates of bearing steel and silicon (100). The microstructure, thickness and morphology of the  $WS_2$  - Ti - Ag composite films were characterized with field emission scanning electron microscope (FESEM) and X-ray diffraction (XRD). The friction and wear properties for  $WS_2$  - Ti - Ag multi-layered composite films were investigated by ball-on-disk tribometer in atmospheric environment. Results show that  $WS_2$  - Ti - Ag composite films deposited by ion beam assisted deposition technology are amorphous thin films, and with the normal load increasing, friction coefficient of the films is reduced, friction process becomes more stable and wear life shorter.

**Key words** In beam assisted deposition, Composite thin films, Friction and wear

### 0 引言

由于  $WS_2$  具有  $MoS_2$  的层状结构,是良好的固体润滑材料<sup>[1]</sup>。这种层状结构的过渡金属硫化物在航空航天领域广泛应用,特别是在航天超低温或者无油传动环境中,固体润滑剂已成为不可缺少的条件保障。但  $WS_2$  和  $MoS_2$  由于其晶体边缘的不饱和悬挂键具有化学活性,在摩擦过程中易被氧化,降低了其摩擦磨损性能,同时由于单纯用磁控溅射制备的纯  $WS_2$  和  $MoS_2$  固体润滑薄膜呈现柱状生长结构,具有这种结构的薄膜耐负载能力不好,耐磨性能相对较差。为

了解决这一问题,本文采用离子辅助沉积和掺杂其他金属元素,如 Ag, Ti<sup>[2-6]</sup>,来增加薄膜的致密度,提高其耐磨性,且薄膜和基体之间沉积一层金属过渡层,可以改善薄膜和基体的结合力,对复合薄膜的摩擦学性能进行了研究。

### 1 实验

#### 1.1 $WS_2$ - Ti - Ag 薄膜的制备

用 ZDH - 100 沉积设备在 9Cr18 轴承钢和单晶硅(100)上沉积  $WS_2$  - Ti - Ag 多层纳米复合固体润滑薄膜,使用  $WS_2$  - Ag - Ti 复合靶 (W 质量分数

收稿日期:2009 - 05 - 25;修回日期:2009 - 07 - 20

作者简介:郭毓峰,1972 年出生,硕士,高级工程师,主要从事材料研究开发工作。E-mail: sinuo9916@sina.com

http://www.yhclgy.com 宇航材料工艺 2009 年 第 6 期

— 45 —

80.1%, Ag质量分数 8.7%, Ti质量分数 11.3%)。经过抛光后的 9Cr18 轴承钢和单晶硅 (100) 分别放在丙酮中超声波清洗两次, 每次清洗时间为 10 min, 之后再放入干净酒精中超声波清洗 10 min, 烘干后快速放入真空室, 调节靶材和试样之间的距离为 120 mm。当样品室的真空达到  $10^{-4}$  Pa 时开始打开离子源清洗样品表面。然后把试样件转到溅射靶的位置, 打开溅射源沉积 8 min, 然后关掉溅射源, 把试样转到离子源, 打开离子源, 用离子束轰击膜层 8 min, 关掉离子源, 这样是一个周期, 沉积多个周期, 获得多层膜。具体沉积参数: 离子源功率 150 W; 磁控溅射源功率 350 W; 工作气压 0.06 Pa; 沉积时间 2 h。

## 1.2 薄膜分析和摩擦学检测

用 XRD ( $\text{Cu K}\alpha$ ) 和 SEM (S-4800) 分析复合薄膜的微观结构和形态, 用球-盘式摩擦磨损试验机研究复合薄膜在大气 (相对湿度为 40%) 环境中的摩擦学性能, 固定的上试样为  $4\text{ mm}$  的  $\text{Si}_3\text{N}_4$  球, 下试样为沉积有复合薄膜的 9Cr18 轴承钢试样, 转速 (500 r/min) 相同, 负载 (1、5、10 N) 不同的条件下对沉积在不同钢试样上测试复合薄膜的摩擦磨损性能, 每次实验都在膜层失效时结束。

## 2 结果与讨论

### 2.1 复合薄膜的微观结构

图 1 为离子束辅助沉积薄膜的 XRD 谱图, 可以发现, 图中均未出现  $\text{WS}_2$ 、Ag 和 Ti 的衍射峰, 只有一个  $\text{WS}_2$  谱峰, 说明复合薄膜中  $\text{WS}_2$ 、Ag 和 Ti 为非晶态或结晶度较差。因此, 通过离子束复合沉积技术制备的复合薄膜为非晶态结构或者是纳米晶结构。

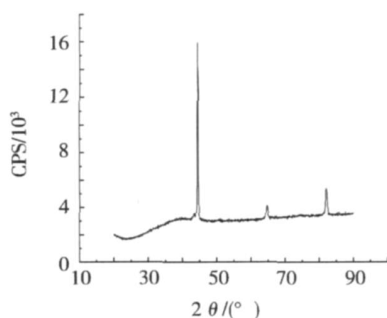


图 1 复合薄膜的 XRD 谱图

Fig 1 XRD spectra of composite films

### 2.2 复合薄膜的表面形貌和截面形貌

采用离子束辅助沉积技术制备的复合薄膜表面光滑致密, 没有大颗粒, 图 2 是复合薄膜的截面形貌, 由此可以看出, 复合薄膜共 15 层, 单层膜厚约 65 nm, 膜层总厚度是  $1\ \mu\text{m}$ 。

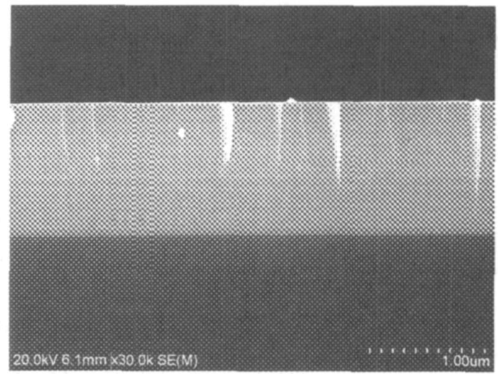


图 2 复合薄膜的截面形貌

Fig 2 Cross section morphology of composite films

### 2.3 复合薄膜的摩擦因数和耐磨性

图 3 是在相对湿度为 40% 的大气环境中薄膜在不同法向负载下的摩擦因数随时间的变化曲线, 图 4 是法向载荷对复合薄膜耐磨寿命的影响。

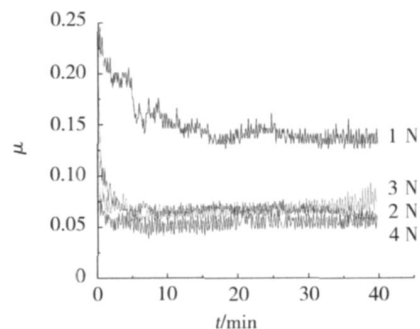


图 3 复合薄膜的摩擦因数随时间的变化曲线

Fig 3 Friction coefficient of composite films vs time

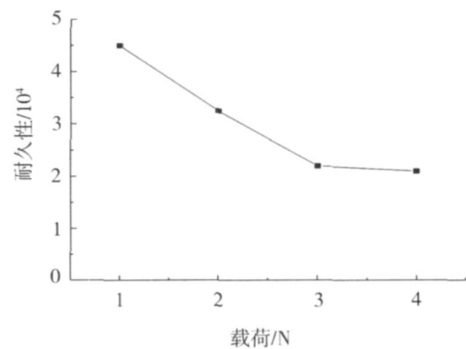


图 4 法向载荷对复合薄膜的耐磨寿命的影响

Fig 4 Effect of normal loads on wear resistance of composite films

由图 3 可以看出, 纳米结构的多层固体润滑膜具有较低的摩擦因数和良好的耐磨性, 而且法向载荷越大, 摩擦因数越小, 摩擦状态越稳定。在法向载荷从 1 N 升到 2 N 时, 复合薄膜的摩擦因数急剧降低, 而

在摩擦负载由 2 N 升高到 4 N 时,复合薄膜摩擦因数变化幅度很小,原因是在潮湿环境中,由于摩擦生热使复合薄膜与吸附在复合薄膜表面的水蒸汽发生化学反应使摩擦因数增大,法向载荷增大时,磨球与复合薄膜接触面积增加,降低了水蒸汽的吸附,从而使复合薄膜的摩擦因数减小,当法向载荷由 2 N 进一步增加时,磨球与复合薄膜的接触面积的变化幅度减小,从而复合薄膜的摩擦因数的变化幅度也减小。

图 4 显示,随法向载荷的增加,复合薄膜的耐磨寿命单调递减,原因是当法向载荷增大时,摩擦产生的热量增多,使摩擦表面温度升高,复合薄膜氧化加剧,氧化生成的  $W_2O_3$  不能有效地形成转移膜,起不到固体润滑的作用,从而导致复合薄膜的耐磨寿命下降。

### 3 结论

(1)离子束复合沉积设备制备的  $WS_2 - Ti - Ag$  复合薄膜是非晶态薄膜。

(2)复合薄膜随法向载荷的增加,摩擦因数减小,摩擦状态越稳定,耐磨寿命越短。

### 参考文献

1 Wang Q, Tu J P, Zhang S C et al Effect of Ag content on

microstructure and tribological performance of  $WS_2 - Ag$  composite films Surface & Coatings Technology, 2006; 201: 1 666 ~ 1 670

2 Scharf T W, Rajendran A, Banerjee R et al Growth, structure and friction behavior of titanium doped tungsten disulfide ( $Ti - WS_2$ ) nanocomposite thin films Thin Solid Films, 2009; 517: 5 666 ~ 5 675

3 Teer D G New solid lubricant coatings Wear, 2001; 251: 1 068 ~ 1 074

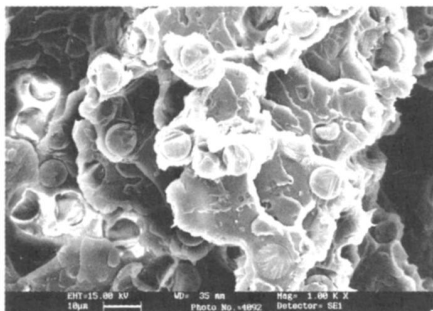
4 Wang D Y, Chang C L, Chen Z Y et al Microstructural and tribological characterization of  $MoS_2 - Ti$  composite solid lubricating films Surface & Coatings Technology, 1999; 120 ~ 121: 629 ~ 635

5 Ihsan Efeoglu, Ferhat Bulbul Effect of crystallographic orientation on the friction and wear properties of  $Mo_xS_x - Ti$  coatings by pulsed-dc in nitrogen and humid air Wear, 2005; 258: 852 ~ 860

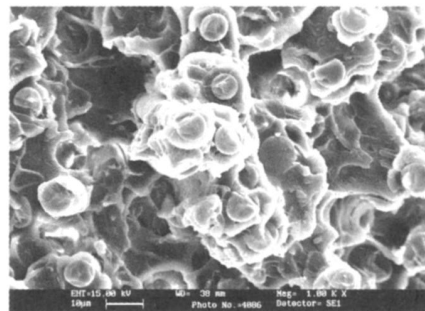
6 Zheng X H, Tu J P, Lai D M et al Microstructure and tribological behavior of  $WS_2 - Ag$  composite films deposited by RF magnetron sputtering Thin Solid Films, 2008; 516: 5 404 ~ 5 408

(编辑 李洪泉)

(上接第 44 页)



(a) 30%



(b) 40%

图 9 不同含量 GF/PEI 断面电镜照片

Fig 9 SEM photographs of fractured surfaces

### 4 结论

当玻璃纤维质量分数达到 30% 时,GF/PEI 的综合性能优异,其低温线胀系数与铝合金接近,热导率为  $0.31 W / (m \cdot K)$ ,拉伸强度为 158 MPa,弯曲强度为 264 MPa,无缺口冲击强度为  $4.24 J / cm^2$ ,密度为  $1.52 g / cm^3$ 。随着玻璃纤维含量增加,线胀系数、冲击强度逐渐降低;拉伸性能、弯曲性能、密度和热导率逐渐增加。

### 参考文献

1 朱月兰,葛巧珍.纤维增强热塑性塑料的发展及应用.化工新型材料,1993;21(11):1~4

2 刘康.纤维增强聚合物基复合材料低温性能.低温工程,2006;(5):36

3 赵伟栋,张宗强等.低温聚合物基复合材料研究进展.宇航材料工艺,2008;38(5):21~25

4 王嵘,郝春功.超低温复合材料的研究进展.化工新型材料,2007;35(7):8~10

5 张晓明,刘雄亚.纤维增强热塑性复合材料及其应用.北京:化学工业出版社,2007:135~136

(编辑 任涛)