

# 二硫化钼薄膜增强超高强度不锈钢摩擦学及疲劳性能研究

杜娟<sup>1</sup>, 孙涛<sup>1</sup>, 朱凯<sup>1</sup>, 樊小强<sup>2\*</sup>, 朱旻昊<sup>2</sup>

(1. 成都飞机工业(集团)有限责任公司, 成都 610073;

2. 西南交通大学 材料科学与工程学院, 成都 610031)

**摘要:** **目的** 通过表面处理技术提高 USS122G 不锈钢摩擦学性能及力学性能。**方法** 采用闭合场非平衡磁控溅射技术在 USS122G 不锈钢表面沉积 MoS<sub>2</sub> 薄膜, 分别测试了镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜的 USS122G 不锈钢力学性能、抗腐蚀性能、弯曲性能、低周疲劳性能及滚动接触疲劳性能, 探索了在干摩擦与石墨烯润滑脂条件下的摩擦学性能, 并通过扫描电镜与 XRD 对 MoS<sub>2</sub> 薄膜进行形貌与成分分析。**结果** 成功在 USS122G 不锈钢表面沉积了 MoS<sub>2</sub> 薄膜, 镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜的 USS122G 不锈钢的纳米硬度为 6.8 GPa。镀膜后的 USS122G 不锈钢的阻抗模量为  $1.06 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , 腐蚀电流密度为  $1.91 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ 。镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜的 USS122G 镀层脱落的最大弯曲力约为 3 695 N。在滚动接触疲劳测试中, 镀 MoS<sub>2</sub> 试样较未镀膜的 USS122G 钢的磨痕深度更浅、宽度更窄。MoS<sub>2</sub> 薄膜能有效提升 USS122G 不锈钢基底的减摩与耐磨性, 在干摩擦条件下, 与未镀膜的 USS122G 不锈钢相比, 镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜的 USS122G 不锈钢的摩擦因数从 0.8 降低至 0.06~0.07, 磨损率从  $1.68 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$  减少到  $9.41 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。在脂润滑条件下, USS122G 不锈钢的摩擦因数在 0.12 左右, 镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜后摩擦因数一直稳定在 0.103 左右。**结论** 镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜的 USS122G 较未镀膜的 USS122G 不仅提升了疲劳性能, 还显著改善了摩擦学性能, 提高了基底的使用寿命。

**关键词:** 二硫化钼薄膜; USS122G 不锈钢; 润滑脂; 摩擦学性能

**中图分类号:** TH117 **文献标志码:** A **文章编号:** 1001-3660(2024)15-0045-12

**DOI:** 10.16490/j.cnki.issn.1001-3660.2024.15.004

## Tribological and Fatigue Properties of Molybdenum Disulfide Film Reinforced Ultra-high Strength Stainless Steel

DU Juan<sup>1</sup>, SUN Tao<sup>1</sup>, ZHU Kai<sup>1</sup>, FAN Xiaoqiang<sup>2\*</sup>, ZHU Minhao<sup>2</sup>

(1. AVIC Chengdu Aircraft Industrial (Group) Co., Ltd., Chengdu 610073, China;

2. School of Materials Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, China)

**ABSTRACT:** High strength stainless steel, with its excellent high strength toughness and corrosion resistance, has been widely used in many key fields such as aerospace, new energy, ocean engineering and advanced manufacturing. However, in the complex and severe practical equipment application environment, it still faces great challenges in terms of wear loss and stress

收稿日期: 2024-05-20; 修订日期: 2024-07-30

Received: 2024-05-20; Revised: 2024-07-30

基金项目: 国家自然科学基金 (52075458, U2141211)

Fund: National Natural Science Foundation of China (52075458, U2141211)

引文格式: 杜娟, 孙涛, 朱凯, 等. 二硫化钼薄膜增强超高强度不锈钢摩擦学及疲劳性能研究[J]. 表面技术, 2024, 53(15): 45-56.

DU Juan, SUN Tao, ZHU Kai, et al. Tribological and Fatigue Properties of Molybdenum Disulfide Film Reinforced Ultra-high Strength Stainless Steel[J]. Surface Technology, 2024, 53(15): 45-56.

\*通信作者 (Corresponding author)

tolerance. Surface treatment is an important method to improve the service performance of mechanical equipment, in which solid lubricating film is an effective mean to improve the wear resistance of metal substrates. Because  $\text{MoS}_2$  layers are connected with a weak van der Waals force, it is likely to generate slip.  $\text{MoS}_2$  thin films are a widely used solid lubricant. In practical applications,  $\text{MoS}_2$  films are often combined with grease to improve the tribological performance of the equipment. To improve the tribological and mechanical properties of USS122G stainless steel, in this paper,  $\text{MoS}_2$  thin films were deposited on the surface of USS122G stainless steel by the closed-field unbalanced magnetron sputtering technology. The mechanical properties, corrosion resistance, bending properties, low cycle fatigue properties and rolling contact fatigue properties of USS122G stainless steel coated with  $\text{MoS}_2$  thin films were respectively tested. In this experiment, a ball disc reciprocating tribometer was used to explore the tribological characteristics of USS122G stainless steel and its surface samples coated with  $\text{MoS}_2$  thin films under dry friction and graphene grease lubrication. The morphology and composition of  $\text{MoS}_2$  thin films were analyzed by SEM and XRD. The nano hardness of USS122G stainless steel coated with  $\text{MoS}_2$  films was 6.8 GPa. The electrochemical test showed that  $\text{MoS}_2$  had a good barrier performance for corrosive media. The open circuit potential of USS122G stainless steel coated with  $\text{MoS}_2$  film was about  $-0.18\text{ V}$ , the impedance modulus was  $1.06 \times 10^5\ \Omega \cdot \text{cm}^2$ , and the corrosion current density was  $1.91 \times 10^{-6}\text{ A/cm}^2$ , which indicated that the sample had a weak corrosion tendency. The maximum bending force of USS122G coating falling off after  $\text{MoS}_2$  film plating was about 3 695 N, indicating that the interface binding force between the  $\text{MoS}_2$  film and the matrix was good. The low cycle strain fatigue failure principle of USS122G stainless steel coated with  $\text{MoS}_2$  film was analyzed. In rolling contact fatigue test, compared with uncoated USS122G steel, the wear depth of  $\text{MoS}_2$  coated specimen was shallower and the width was narrower.  $\text{MoS}_2$  thin film could effectively improve the friction reduction and wear resistance of USS122G stainless steel substrate. Under dry friction conditions, compared with uncoated USS122G stainless steel, the friction coefficient of USS122G stainless steel coated with  $\text{MoS}_2$  film was reduced from 0.8 to 0.06-0.07. The wear rate was reduced from  $1.68 \times 10^{-5}\text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$  to  $9.41 \times 10^{-8}\text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ . Under the condition of grease lubrication, the friction coefficient of USS122G stainless steel was about 0.12, and the friction coefficient was stable at about 0.103 after  $\text{MoS}_2$  film plating. In the low-cycle fatigue test, USS122G stainless steel coated with  $\text{MoS}_2$  thin film sample reached the strength limit failure under low cycle times, and the direction of the dark tissue region at the crack source of the failure fracture was different. The region with low strength first experienced quasi-cleavage fracture, then fatigue cracking, and finally fracture failure. Based on the results, compared with uncoated USS122G, USS122G coated with  $\text{MoS}_2$  films not only improves the fatigue properties, but also significantly improves the tribological properties and extends the service life of the substrate.

**KEY WORDS:**  $\text{MoS}_2$  film; USS122G stainless steel; grease; tribological property

高强度不锈钢, 以其卓越的高强韧性和耐蚀性, 在航空航天、新能源、海洋工程和先进制造业等多个关键领域都得到了广泛应用。特别是在飞机主承力构件、紧固件、卫星陀螺仪、飞船外壳、海洋石油平台、汽车工业、核能工业以及齿轮和轴承制造等方面, 高强度不锈钢已成为首选材料, 为装备部件的轻量化设计和节能减排提供了有力支撑<sup>[1]</sup>。

USS122G 超高强度不锈钢, 作为钢铁研究总院自主研发的新一代产品, 其抗拉强度超过 1 900 MPa, 屈服强度超过 1 500 MPa, 断裂韧性达到  $90\text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ , 并且具有良好的韧性及耐海洋环境腐蚀性能<sup>[2]</sup>。然而, 在复杂和严苛的实际装备应用环境中, 其磨损损耗和应力承受能力仍面临巨大挑战。因此, 提升 USS122G 钢的摩擦学性能和耐腐蚀性能, 对于延长机械装备的使用寿命至关重要。表面处理技术, 尤其是薄膜沉积技术, 通过在基体表面沉积一层连续薄膜, 能够显著增强材料的耐磨性、耐蚀性等。其中, 固体润滑薄膜以其低摩擦、低磨损的特性, 在解决复

杂工况下的摩擦学问题中发挥着关键作用<sup>[3]</sup>。对于固体润滑薄膜, 其性能优劣主要取决于薄膜的摩擦因数、抗磨损性能、与基体表面的结合强度等关键指标<sup>[4]</sup>。

由于摩擦、磨损和腐蚀现象受限于表面, 薄膜在赋予与基体材料显著不同的性能方面具有极大的灵活性<sup>[5]</sup>。固体润滑技术中应用最普遍的是固体润滑薄膜, 是利用表面改性技术在摩擦副表面制备一层低摩擦、低磨损的固体润滑膜, 用于解决苛刻工况的摩擦学问题<sup>[3]</sup>。在实际运用薄膜润滑时, 要求润滑剂满足以下要求: 首先, 薄膜的摩擦因数应尽可能低; 其次, 固体润滑膜应具有良好的抗磨损性能, 以延长使用寿命<sup>[6]</sup>; 同时, 它需要与摩擦副表面有较高的结合强度, 以免在使用过程中剥落<sup>[7-8]</sup>。薄膜沉积也有许多方式<sup>[9]</sup>, 如离子束沉积、磁控溅射沉积、真空阴极电弧沉积、脉冲激光沉积等方法, 其中闭合场非平衡磁控溅射技术让磁控阴极外磁极磁通大于内磁极, 两极磁力线在靶面不完全闭合, 部分磁力线可沿靶的边缘延伸到基片区域, 从而使部分电子可以沿着磁力线扩展到基

片,增加基片磁控溅射区域的等离子体密度和气体电离率。闭合场非平衡磁控溅射阴极磁场可将等离子体扩展到远离靶面的基片,使基片浸没其中,以高速率沉积出多种材料的、附着力强的高质量薄膜<sup>[10]</sup>。

二硫化钼 (MoS<sub>2</sub>) 作为一种广泛应用的固体润滑剂,也常应用在沉积薄膜中<sup>[11]</sup>。其外观呈黑灰略带蓝色,有金属光泽,是一种从辉钼矿中提纯而得到的矿物质。MoS<sub>2</sub> 具有优异的摩擦性能,在超高真空环境下,其摩擦因数达 0.001,这得益于其独特的层状结构<sup>[9]</sup>。具体地,MoS<sub>2</sub> 每个单元层由 S-Mo-S 3 个平面层组成<sup>[12]</sup>,在单元层内部,每个钼原子被三棱形分布的硫原子包围着,钼原子与硫原子以很强的共价键联系在一起<sup>[13]</sup>。钼原子与周围硫原子的距离为 0.241 nm,单元层的厚度为 0.625 nm,层与层之间的距离为 1.230 nm。MoS<sub>2</sub> 层与层之间的距离较远,达 1.230 nm,以范德华力相连,层间的移动非常容易,因此 MoS<sub>2</sub> 具有非常优异的固体润滑性能<sup>[12,14]</sup>。MoS<sub>2</sub> 薄膜也可以与其他润滑剂相结合,以适应各种不同工况下的润滑<sup>[15-17]</sup>,如固液复合润滑、固脂复合润滑、复合表面织构润滑技术等,其中 MoS<sub>2</sub> 薄膜与润滑脂复合常常被应用于航空航天领域中,以提高装备的摩擦学性能。

本文主要通过调控工艺参数,采用闭合场非平衡溅射技术在 USS122G 不锈钢上成功沉积了 MoS<sub>2</sub> 薄膜,探究了 MoS<sub>2</sub> 薄膜的结构、组分、厚度、力学性能以及抗腐蚀性能。进一步研究了未镀膜 USS122G 不锈钢和镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜的 USS122G 不锈钢( USS122G-MoS<sub>2</sub>) 的弯曲性能、低周疲劳性能、在不同条件(干/石墨烯脂润滑)下的滚动接触疲劳性能和摩擦学性能,全面评估了 MoS<sub>2</sub> 薄膜对 USS122G 不锈钢性能的提升效果。

1 试验

1.1 材料与试剂

USS122G 钢主要成分如表 1 所示<sup>[18]</sup>。试验过程中所使用的主要材料及试剂如表 2 所示。

1.2 方法

1.2.1 MoS<sub>2</sub>薄膜制备与结构表征

采用闭合场非平衡溅射技术制备 MoS<sub>2</sub> 薄膜<sup>[15]</sup>。

表 1 USS122G 钢组成成分  
Tab.1 Chemical composition of USS122G steel  
wt. %

C	Cr	Ni	Mo	Co	W	Fe
0.09	12.0	3.0	5.0	14.0	1.0	Bal.

首先在单晶硅片上制备 MoS<sub>2</sub> 薄膜以便于后续表征。然后 USS122G 不锈钢基片经过砂纸打磨、抛光,然后在丙酮和无水乙醇中分别用超声波清洗 10 min,再用去离子水冲洗,再用流动的氮气吹干,装入样品架上并送入真空腔室抽真空,真空腔室的真空度优于 1.0×10<sup>-3</sup> Pa 时,通入工作气体(纯度为 99.999%的 Ar),沉积薄膜前对基片施加-500 V 的负偏压进行等离子体辉光清洗 10 min,以除去样品表面的氧化物和其他杂质。然后调节偏压至-70 V,调节过渡层靶电流为 3.0 A,在 USS122G 不锈钢基片基底表面沉积 Pb 过渡层,以增加薄膜与基底之间的结合力,镀膜温度控制在 200 ℃内;最后通过改变氩气流量,样品架以 5 r/min 的速度转动,依次通过 2 个 MoS<sub>2</sub> 溅射靶材,形成 MoS<sub>2</sub> 薄膜。

应用 JSM-6610LV 扫描电镜 (SEM) 及其所附能谱仪 (EDS) 观察样品截面形貌和分析薄膜成分。应用 Empyrean X 射线衍射仪 (XRD) 以掠入射法分析薄膜的相结构,工作条件为:采用 Cu Kα 射线(波长为 0.154 nm),掠角为 1°,步进方式扫描,步长 0.03°,扫描速率为 7 (°)/min,扫描范围为 5°~80°。

1.2.2 抗腐蚀性能与弯曲性能测试

在 VersaSTAT 3F 电化学工作站室温下采用传统的三电极系统测试样品抗腐蚀性能,其中铂电极为对电极,饱和甘汞电极为参比电极,试样作为工作电极,电解液使用 6.5% NaCl 溶液。开路电位波动幅值小于 0.05 V,电化学阻抗谱的测试频率范围为 10<sup>-2</sup>~10<sup>5</sup> Hz,扰动幅值为 10 mV。极化曲线测试的电位范围为相对于开路电位±0.25 V,扫描速率为 0.5 mV/s。

在 DNS300 电子万能试验机上采用三点弯曲测试方法,测试了 USS122G 不锈钢及表面镀有 MoS<sub>2</sub> 薄膜的 USS122G 不锈钢的弯曲力。参数分别为:采样频率为 10 Hz,试验速度为 2 mm/min,跨距为 100 mm,断裂敏感度设为 50%。采用光学显微镜和 SEM 分别观察试样弯曲前后的截面和弯曲后 MoS<sub>2</sub> 薄膜的微观组织变化。

表 2 试验材料及试剂  
Tab.2 Experimental materials and reagents

Reagents/Materials	Purity specification	Manufacturer
Acetone	AR, 99.5%	Chengdu Colon Chemical Co., Ltd.
Monocrystalline silicon	—	Crystal Core Electronic Technology Co., Ltd.
MoS <sub>2</sub> target materials	—	Tianjin High-Tech New Material Technology Co., Ltd.
Pb target materials	—	Tianjin High-Tech New Material Technology Co., Ltd.
Absolute ethyl alcohol	AR, 99.7%	Chengdu Colon Chemical Co., Ltd.

### 1.2.3 力学性能与疲劳测试

采用 Nano Indenter G200 纳米压痕计测定 MoS<sub>2</sub> 薄膜的硬度, 最大载荷的选择方式是最大压痕深度不超过涂层厚度的 10%~15%。由低倍显微镜选取合适划痕起始点, 以恒定的速度在试样上施加载荷, 载荷增大至 100 N 时停止试验, 得到薄膜结合力。

依据 GB/T 15248—2008《金属材料轴向等幅低循环疲劳试验方法》, 采用低循环疲劳试验机对试样施加交变拉力, 温度、压力、相对湿度、介质等环境因素在整个试验过程中保持恒定, 验证薄膜在轴向拉伸疲劳极限下与基体材料之间的结合情况。

采用 JD-1 轮轨模拟试验机和往复滚动磨损试验装置进行滚动接触疲劳测试, 分别在干摩擦与石墨烯润滑脂润滑条件下进行, 加载力 300 kg, 旋转速度 2 000 r/min, 试验过程中分别于 0 次、5 万次、10 万次、15 万次、20 万次观察试样接触区损伤形貌。

### 1.2.4 摩擦学性能测试

本试验运用 UMT-3 球盘往复摩擦机, 深入探究 USS122G 不锈钢及其表面镀有 MoS<sub>2</sub> 薄膜的样品在干摩擦及石墨烯润滑脂润滑 2 种条件下的摩擦学特性。石墨烯润滑脂的制备步骤按照文献的步骤进行<sup>[19-20]</sup>, 最终得到改性的石墨烯润滑脂。其中, 上试样为直径 6 mm 的 GCr15 钢球, 下试样为 USS122G 不锈钢及表面镀有 MoS<sub>2</sub> 的 USS122G, 载荷为 60 N, 循环周次达到 10 000 次, 位移幅值为 2.5 mm。为确保试验结果的准确性和可靠性, 每次试验均重复 3 次。试验后使用光学显微镜对磨斑和磨痕形貌进行观察, 用白光干涉仪对磨痕的三维形貌进行观察, 采用 Vision64 软件对数据进行处理后分析其磨痕二维轮廓、磨损体积及磨损率。

## 2 结果与讨论

### 2.1 MoS<sub>2</sub> 薄膜形貌与成分

图 1a 给出了 MoS<sub>2</sub> 薄膜在 Si 单晶片上的断面

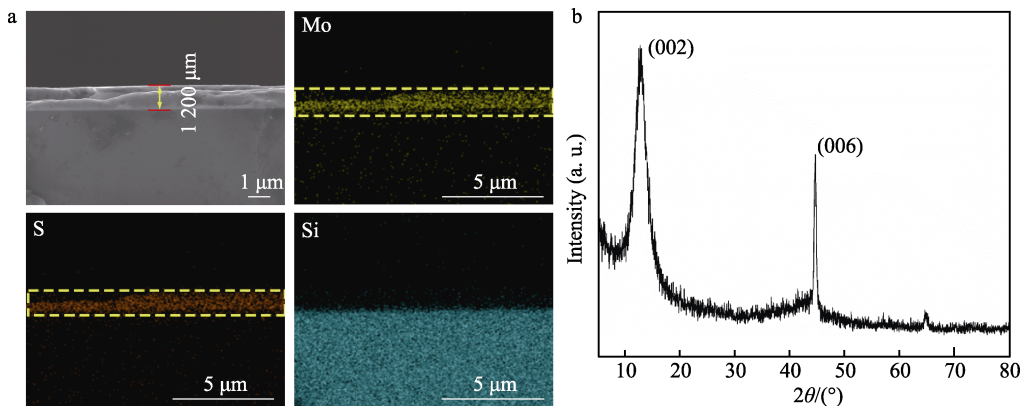


图 1 MoS<sub>2</sub> 薄膜的断面 SEM 图像和对应的 EDS 结果 (a) 以及 XRD 图谱 (b)  
Fig.1 Sectional scanning electron microscope images and corresponding EDS spectra (a), XRD spectra (b) of MoS<sub>2</sub> films

SEM 照片和通过 EDS 获得的典型元素面分布, 清晰显示出薄膜的 Mo 和 S 元素, 且厚度约为 1.2 μm。由 XRD 的表征 (图 1b) 结果可知, 2θ 在 12° 左右存在一个显著的衍射峰 (PDF#37-1492), 这对应于 MoS<sub>2</sub> 薄膜的 (002) 晶面<sup>[21]</sup>; 值得注意的是, (002) 晶面衍射峰的出现暗示了薄膜沿 (002) 晶面择优生长, 这种生长方式有助于提升薄膜的润滑性能<sup>[22]</sup>。同时, 在 2θ=44° 处观察到了 (006) 晶面的衍射峰, 这主要是由于薄膜内部的 S-Mo-S 层随机取向所导致的<sup>[6,23]</sup>。

### 2.2 力学性能

经纳米压痕仪测定, USS122G 钢镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜的纳米硬度为 6.8 GPa。通过多功能材料性能测试仪测得 USS122G-MoS<sub>2</sub> 薄膜与基底之间的结合力为 17 N, 对比普通钢表面镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜 (过渡层为 Ti) 的结合力为 3.35 N<sup>[15]</sup>, 说明 USS122G 钢镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜结合力较好, 可能是由于 Pb 作为过渡层能提高结合力大小。

### 2.3 抗腐蚀性性能

通过电化学工作站测试, USS122G-MoS<sub>2</sub> 的开路电位约为 -0.18 V, 处于较高的电位值, 表明样品腐蚀倾向较弱。在 Nyquist 图中 USS122G-MoS<sub>2</sub> 只出现了一个容抗弧, 说明薄膜结构完整, 未出现孔洞、裂纹等缺陷, 保护性能没有受到破坏, 腐蚀介质并未渗透到基体界面, 这表明薄膜对腐蚀介质具有很好的阻隔性能。此外, USS122G-MoS<sub>2</sub> 在低频下较高的阻抗模量 ( $1.06 \times 10^5 \Omega \cdot \text{cm}^2$ ) 也进一步证明其优异的腐蚀防护性能。通过对极化曲线进行 Tafel 外推 (图 2b), 样品的腐蚀电流密度为  $1.91 \times 10^{-6} \text{ A/cm}^2$ , 低的腐蚀电流密度表明样品的腐蚀敏感性较弱, 在腐蚀环境下不易发生腐蚀。

### 2.4 弯曲性能

在弯曲测试中, 用 3 个相同样品重复试验, 试样在弯曲各种角度后薄膜均发生了不同程度的剥落 (在



图中圈出), 如图 3a<sub>1</sub>~a<sub>3</sub> 所示, USS122G-MoS<sub>2</sub>-1 试样在弯曲 8°后, 其侧面和凸面开始出现 MoS<sub>2</sub> 薄膜剥落。图 3b<sub>1</sub>~b<sub>3</sub> 展示了 USS122G-MoS<sub>2</sub>-2 试样在弯曲至 25°后, 其凸面的 MoS<sub>2</sub> 薄膜发生明显剥落。图 3c<sub>1</sub>~c<sub>3</sub> 体现了 USS122G-MoS<sub>2</sub>-3 试样在弯曲 10°后, 试样凸面的 MoS<sub>2</sub> 薄膜发生剥落。

由图 4a 可知, USS122G-MoS<sub>2</sub>-1 试样在弯曲过程

中, 凸面开始出现 MoS<sub>2</sub> 薄膜剥落失效时, USS122G-MoS<sub>2</sub> 的最大弯曲力为 3 361 N, 挠度约为 4.7 mm, 其弯曲弹性模量  $E_b = 4.97 \times 10^5$  Pa。USS122G-MoS<sub>2</sub>-2 试样在弯曲过程中, 试样凸面开始出现 MoS<sub>2</sub> 薄膜剥落失效时的最大弯曲力为 3 954 N, 挠度约为 10.0 mm, 弯曲弹性模量  $E_b = 5.01 \times 10^5$  Pa (图 4b)。USS122G-MoS<sub>2</sub>-3 试样在弯曲过程中, 试

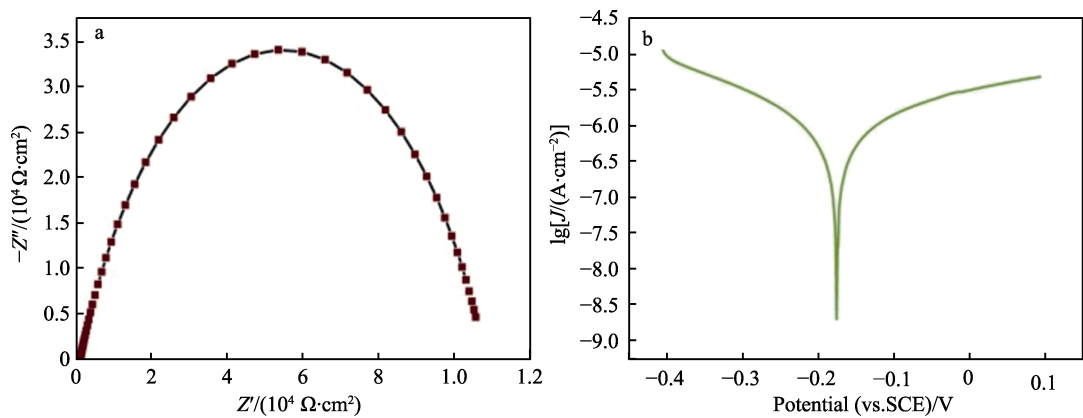


图 2 USS122G-MoS<sub>2</sub> 试样的 Nyquist 图 (a) 和极化曲线 (b)  
Fig.2 Nyquist diagram (a) and polarization curve (b) of USS122G-MoS<sub>2</sub> sample

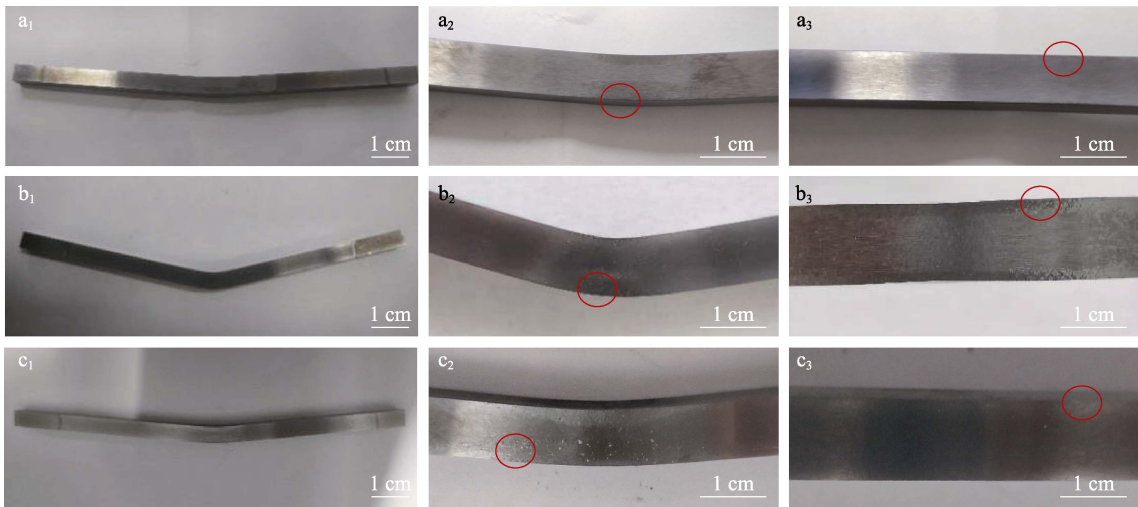


图 3 USS122G-MoS<sub>2</sub> 试样分别弯曲 8° (a)、25° (b)、10° (c) 后的侧面及凸面光学照片  
Fig.3 Photos for sides and convex surfaces of USS122G-MoS<sub>2</sub> sample after bending for 8° (a), 25° (b) and 10° (c)

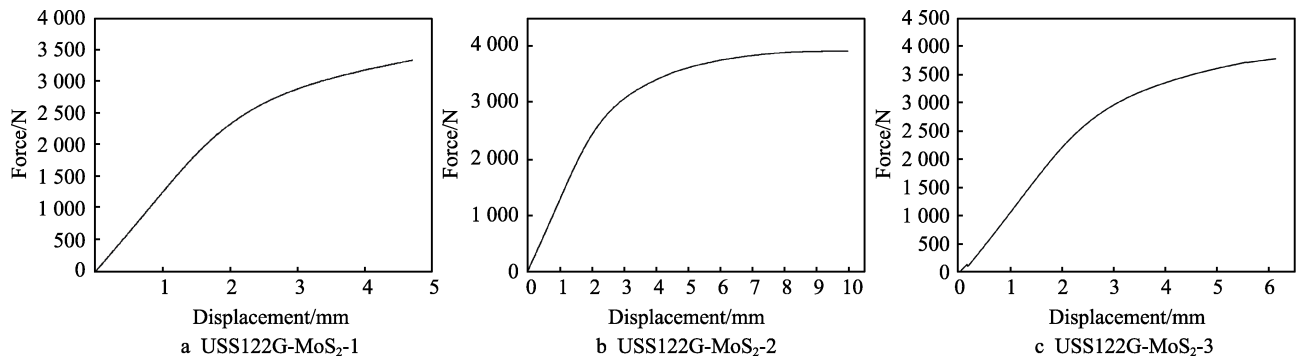


图 4 USS122G-MoS<sub>2</sub> 的弯曲力-挠度曲线  
Fig.4 Bending force-deflection curves of USS122G-MoS<sub>2</sub> sample

样凸面开始出现  $\text{MoS}_2$  薄膜剥落失效时的最大弯曲力为 3 816 N, 挠度约为 6.17 mm, 弯曲弹性模量  $E_b = 4.71 \times 10^5 \text{ Pa}$  (图 4c)。这些结果表明最大弯曲力大约在 3 700 N 才出现剥落失效, USS122G- $\text{MoS}_2$  的弯曲弹性模量较高。

通过对比 USS122G- $\text{MoS}_2$ -1 试样弯曲前后截面的光学显微镜照片, 可以清晰地观察到 USS122G- $\text{MoS}_2$  的显微组织变化。如图 5a<sub>1</sub> 所示, 在弯曲前, 其显微组织主要由板条状马氏体组成, 多为等轴晶, 晶界明显; 弯曲后如图 5a<sub>2</sub> 所示, 晶粒明显发生拉伸变形, 存在混晶, 晶界较为模糊。进一步对 USS122G- $\text{MoS}_2$  弯曲后的薄膜界面进行形貌表征和元素分析, 从图 5b 与图 5c 观察到, 无论是受拉面还是受压面, 均发生了轻微的塑性变形。元素分析结果显示, 受压侧 (图 5b<sub>1</sub>~b<sub>2</sub>) 与受拉侧 (图 5c<sub>1</sub>~c<sub>2</sub>) 均只检测到 Fe 与 O 元素, 未检测到 Mo 与 S 元素, 表明在最大弯曲力下 USS122G 不锈钢上的  $\text{MoS}_2$  镀层脱落。

## 2.5 低周疲劳性能

根据低周疲劳测试获得的数据 (图 6) 可知, 疲

劳延性指数  $c = -1.423\ 94$ , 疲劳延性系数  $\varepsilon_f' = 58.31$ , 疲劳强度指数  $b = -10.140\ 93$ , 疲劳强度系数  $\sigma_f' = 4\ 607 \text{ MPa}$ , 循环强度系数  $K' = 3\ 057 \text{ MPa}$ , 循环应变硬化指数  $n' = 0.098\ 07$ 。

对 USS122G- $\text{MoS}_2$  试样进行应变疲劳失效分析, 图 7 和图 8 分别为 USS122G- $\text{MoS}_2$ -1 和 USS122G- $\text{MoS}_2$ -2 试样断口的 SEM 照片, 可知疲劳裂纹由裂纹源处萌生, 紧接着发生亚稳扩展和失稳扩展<sup>[24]</sup>, 最后发生断裂。从图 7 可以看出, USS122G- $\text{MoS}_2$ -1 试样裂纹源处的深色组织区域方向性明显不同, 其余组织方向都沿着长度方向, 此处偏向外侧, 说明样品受到交变应力时<sup>[25]</sup>, 强度偏低的深色区域无法抵挡变形, 先发生准解理断裂, 此后在交变应力作用下, 发生疲劳开裂。

图 8 中 USS122G- $\text{MoS}_2$ -2 样品同样可以观察到间距较大且数量较少的疲劳条带, 瞬断区放大可看到河流花样的条纹, 失效断口有明显的宏观塑性变形, 基体到达最大塑性应变值, 即发生瞬时断裂。对于 USS122G 钢基体, 镀  $\text{MoS}_2$  薄膜的样品抗疲劳性能下降相对较严重, 样品失效断口裂纹源处的深色组织区域方向性明显不同<sup>[26]</sup>, 说明样品受到交变应力时, 强

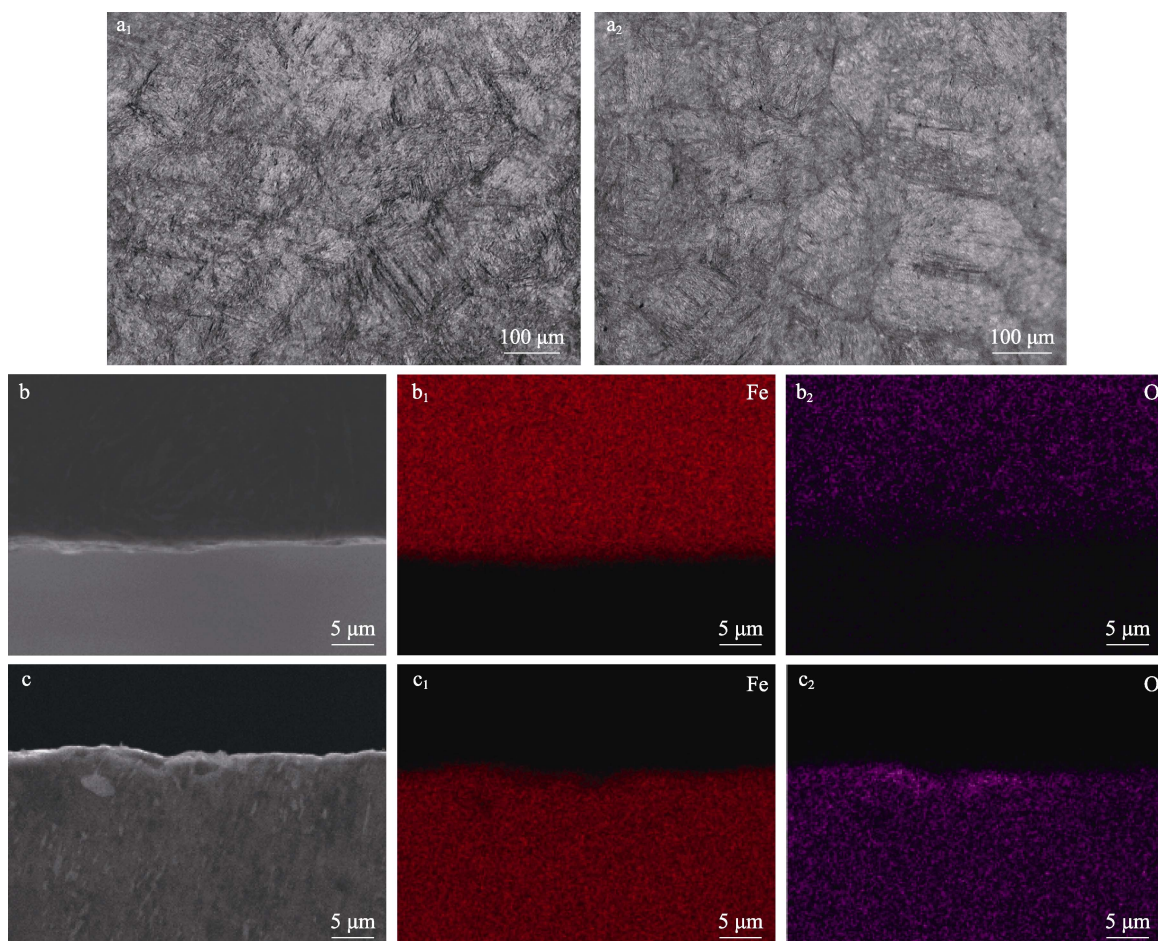


图 5 USS122G- $\text{MoS}_2$ -1 弯曲前 (a<sub>1</sub>) 和弯曲后 (a<sub>2</sub>) 横截面的光学显微镜照片; 弯曲后薄膜的 SEM 和 EDS 光谱: 受压侧 (b~b<sub>2</sub>) 和受拉侧 (c~c<sub>2</sub>)

Fig.5 Optical microscope photographs of cross sections before (a<sub>1</sub>) and after (a<sub>2</sub>) bending; SEM and EDS spectra of coating after bending: compressed side after bending (b-b<sub>2</sub>) and tensile side after bending (c-c<sub>2</sub>)



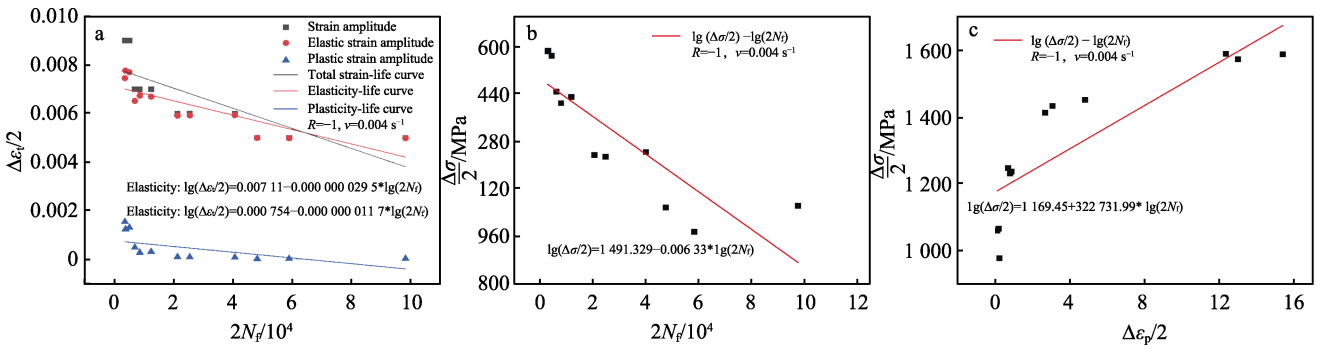


图 6 USS122G-MoS<sub>2</sub> 低周疲劳测试  $\varepsilon$ -N 曲线 ( a )、 $\lg(\Delta\sigma/2)$ - $\lg(2N_f)$  曲线 ( b )、 $\lg(\Delta\sigma/2)$ - $\lg(\Delta\varepsilon_p/2)$  曲线 ( c )  
Fig.6 USS122G-MoS<sub>2</sub> sample low circumference fatigue test: a)  $\varepsilon$ -N curve;  
b)  $\lg(\Delta\sigma/2)$ - $\lg(2N_f)$  curve; c)  $\lg(\Delta\sigma/2)$ - $\lg(\Delta\varepsilon_p/2)$  curve

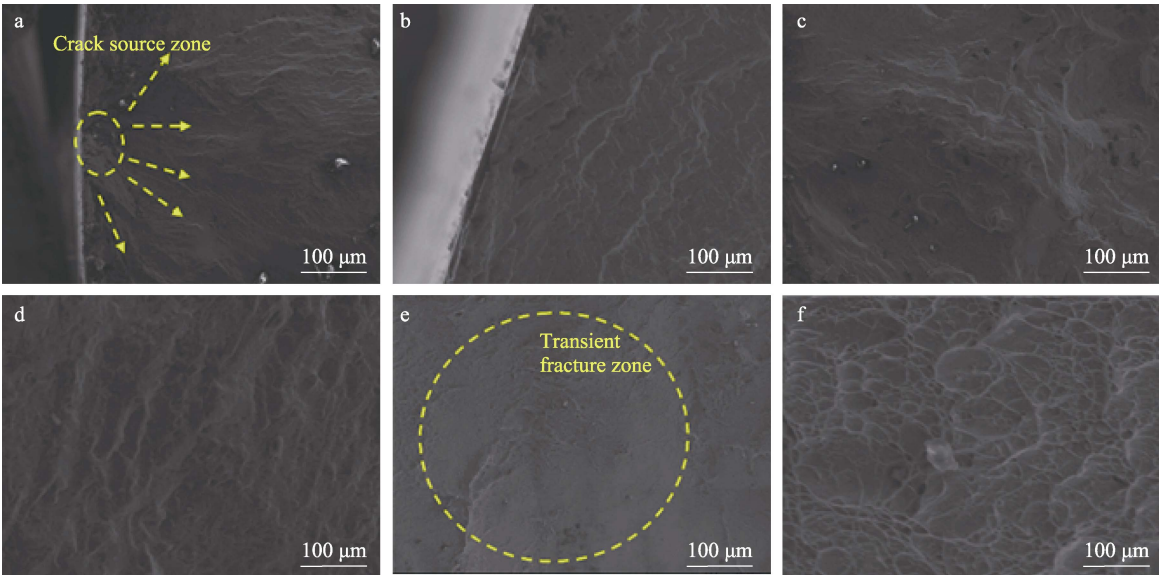


图 7 USS122G-MoS<sub>2</sub>-1 样品断口的 SEM 图片  
Fig.7 SEM images of USS122G-MoS<sub>2</sub>-1 sample fracture

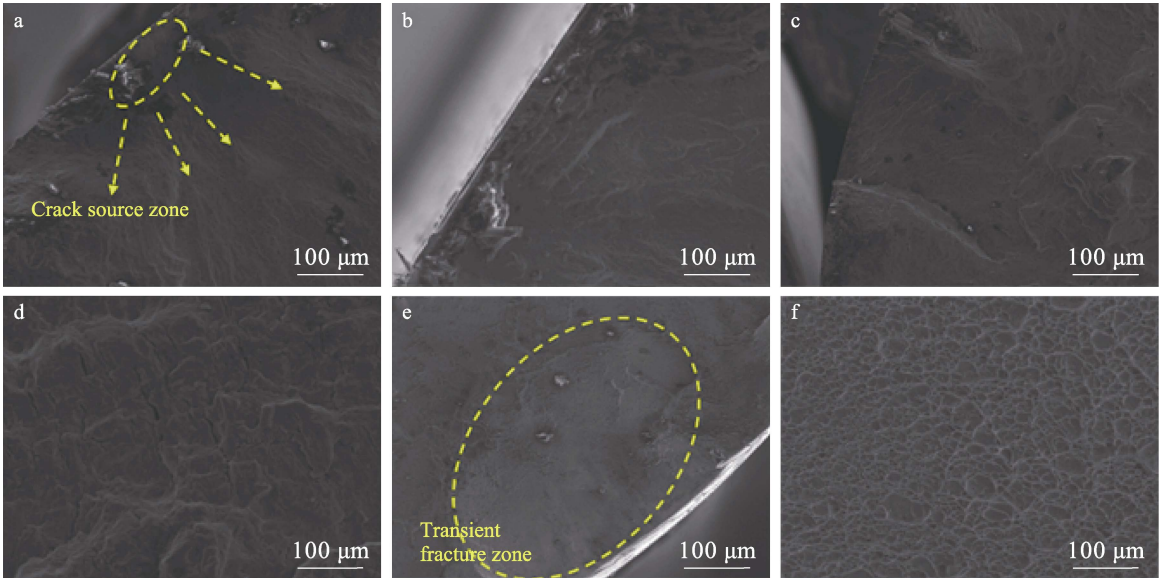


图 8 USS122G-MoS<sub>2</sub>-2 样品断口的 SEM 图片  
Fig.8 SEM images of USS122G-MoS<sub>2</sub>-2 sample fracture

度偏低的深色区域无法抵挡变形,先发生准解理断裂,此后发生疲劳开裂,最终断裂失效。

## 2.6 滚动接触疲劳性能

干摩擦和石墨烯润滑脂条件下 USS122G-MoS<sub>2</sub> 样品的滚动接触疲劳性能测试结果如图 9 所示。由图 9a~e 可知,在未加润滑脂时滚动接触过程中, USS122G-MoS<sub>2</sub> 在 0~5 万循环周次时为跑合阶段,薄膜出现轻微的脱落,磨痕边缘出现少量磨屑堆积,没有产生犁沟;随着滚动疲劳周次的增加(5 万~20 万循环周次), USS122G-MoS<sub>2</sub> 表面磨损进一步加剧,出现较为明显的犁沟,且犁沟方向与往复滚动方向一致,此时磨损主要表现为磨粒磨损,较未镀膜的 USS122G 钢, USS122G-MoS<sub>2</sub> 磨痕深度更浅,磨痕宽度更窄。添加了润滑脂后,润滑形式为固脂复合润滑,由图 9f~j 可知,在滚动接触过程中石墨烯润滑脂表现出持续的抗磨减摩作用, USS122G-MoS<sub>2</sub> 在 0~5 万循环周次时为跑合阶段,磨痕表现为很轻微的擦伤痕迹,磨损深度极小,无犁沟现象发生,这主要归因于法向载荷作用下接触区域的轻微塑性变形;随着滚动疲劳周次的增加(5 万~20 万循环周次), USS122G-MoS<sub>2</sub> 表面磨损无加剧趋势,但磨痕深度增大。较未镀膜的 USS122G 钢,磨痕宽度略微变窄,深度略微变浅,说明固脂协同润滑发挥了一定的减摩抗磨作用。

## 2.7 摩擦学性能

为了探究 MoS<sub>2</sub> 薄膜对 USS122G 基体摩擦学性能的影响,分别在干摩擦与石墨烯润滑脂润滑条件下对镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜与未镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜 2 种 USS122G 不锈

钢试样进行对比试验。

首先对比分析摩擦因数(图 10),未镀膜 USS122G 不锈钢在干摩擦条件下,对偶球与不锈钢基体接触面积较小,摩擦曲线呈现持续递增的趋势。随着试验的进行,摩擦副间的直接接触导致 USS122G 不锈钢基体迅速磨损,接触面积逐渐增大,接触应力显著降低,进而摩擦曲线趋于平稳,并最终稳定在 0.8 左右。在添加润滑脂后, USS122G 不锈钢的摩擦因数由 0.8 降低至 0.12 左右,并且摩擦曲线没有出现明显波动。镀膜 USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦条件下,往复摩擦开始阶段,当循环次数约为 62 时,摩擦因数上升至 0.05 左右;随着循环次数的增加,摩擦因数上升,最高至 0.076,然后下降至 0.07 左右后趋于平稳。 USS122G-MoS<sub>2</sub> 在脂润滑条件下,使用润滑脂后的摩擦因数逐步上升至 0.103 左右,并且摩擦曲线没有出现明显波动。

采用光学显微镜观察磨斑和磨痕形貌,图 11a 和图 11b 显示未镀膜 USS122G 不锈钢在干摩擦条件下,磨损表面存在大量犁沟,这可能是由于剥落的磨屑进入摩擦界面所致,同时,磨痕内部存在大量磨屑和撕裂剥离,磨屑堆积严重。这些现象表明,在摩擦过程中,在磨粒作用下产生犁沟,并导致严重的磨粒磨损。图 11b 和图 11c 显示未镀膜 USS122G 不锈钢在脂润滑条件下,磨斑与磨痕表面磨损轻微,仅存在少量犁沟,磨斑直径仅为 100  $\mu\text{m}$ 。

图 12a 和图 12b 为镀膜 USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦条件下的磨痕形貌和对偶球磨斑形貌,基体和对偶球磨损较轻微,表面仅出现少量犁沟,磨斑两侧存在少

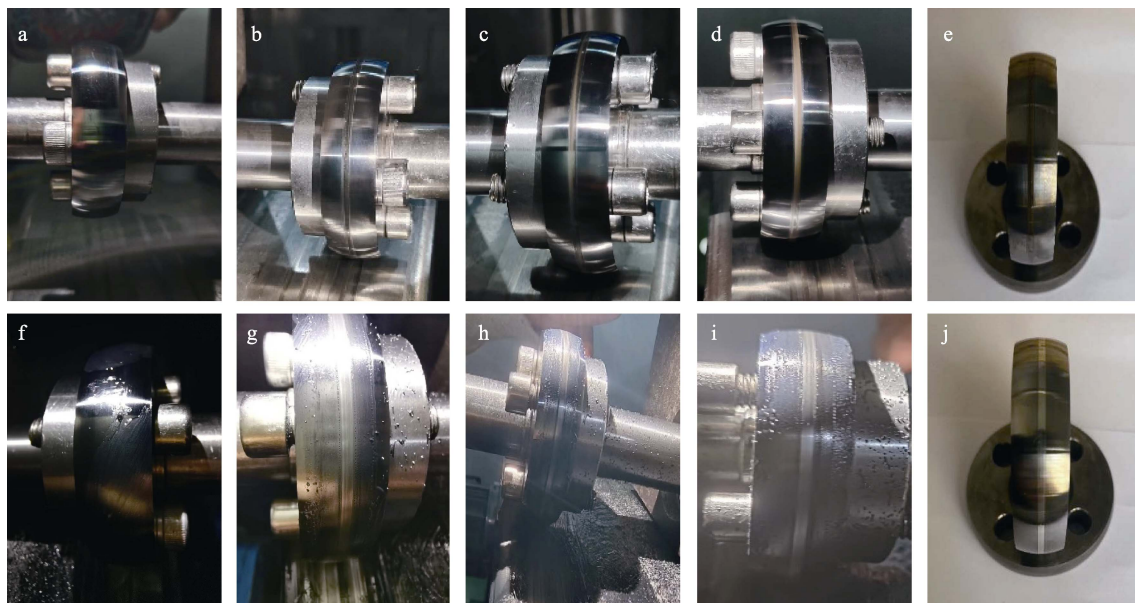


图 9 USS122G-MoS<sub>2</sub> 滚动接触疲劳的接触面在 0、5 万、10 万、15 万和 20 万循环次数下的损伤形貌: 干摩擦(a~e)和固-脂润滑(f~j)

Fig.9 Damage morphology of contact surfaces for rolling contact fatigue of USS122G-MoS<sub>2</sub> samples at 0, 50 000, 100 000, 150 000 and 200 000 cycles: corresponding to (a-e) dry friction and (f-j) solid-grease lubrication



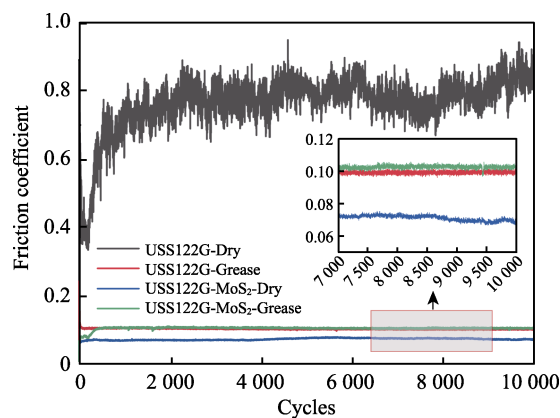


图 10 USS122G、USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦和脂润滑条件下的摩擦因数

Fig.10 USS122G and USS122G-MoS<sub>2</sub> under dry friction and grease lubrication with friction coefficient

量的磨屑堆积。图 12c 和图 12d 为镀膜 USS122G-MoS<sub>2</sub> 在脂润滑条件下的磨痕与磨斑形貌, 脂润滑下 USS122G-MoS<sub>2</sub> 磨斑直径小, 但磨痕直径达到 100 μm 左右, 对偶球磨损情况相较于干摩擦减轻, 磨粒磨损也较轻微。

为了进一步观察磨损情况, 对摩擦后的磨痕进行三维形貌分析。USS122G 不锈钢干摩擦后的磨痕三维形貌及二维轮廓如图 13a 和图 13b 所示, 从三维形貌可看出, 划痕宽且深度大, 说明磨损极为严重, 在磨痕内部存在犁沟, 进一步验证磨粒磨损的存在。从二维形貌可以发现, 磨痕深度高达 50 μm, 宽度近 2 mm。USS122G 不锈钢脂润滑下磨痕的三维和二维轮廓形

貌如图 13c~d 所示, 使用润滑脂润滑后磨痕深度为 1.5 μm。随着润滑脂的引入, USS122G 不锈钢的磨损深度较干摩擦降低, 这归因于油膜隔绝了摩擦副之间的直接接触以及片层石墨烯在摩擦界面的层间滑移和承载作用。

镀膜 USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦条件下磨痕三维形貌及二维轮廓如图 14a~b 所示, 从三维形貌图中可观察到轻微的磨损痕迹, 从二维轮廓图中可以发现 USS122G-MoS<sub>2</sub> 最大磨损深度为 2.65 μm, 磨损较轻微。USS122G-MoS<sub>2</sub> 使用脂润滑的三维形貌及二维轮廓如图 14c~d 所示, 可以发现, 与干摩擦相比, 使用润滑脂的磨损表面有明显磨损, 磨损深度约为 3.98 μm。

最后通过计算得到了 USS122G、USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦和脂润滑条件下的磨损率, 并放在一起对比分析 (图 15)。USS122G 不锈钢在干摩擦下的磨损率为  $1.68 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。脂润滑 USS122G 不锈钢的磨损率为  $8.90 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦条件下的磨损率的平均值为  $9.41 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。USS122G-MoS<sub>2</sub> 在脂润滑条件下的磨损率的平均值为  $3.0 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。

在干摩擦条件下, 对比 USS122G 基底镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜与未镀膜的摩擦结果。USS122G 不锈钢在干摩擦条件下的摩擦因数在 0.8 左右, 磨损率为  $1.68 \times 10^{-5} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ , 磨损极为严重, 主要形式为磨粒磨损, 可能有黏着磨损的存在。USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦条件下薄膜未发生破裂失效, 摩擦因数稳定在 0.06~0.07, 磨痕和磨斑形貌呈现明显犁沟。与未镀膜

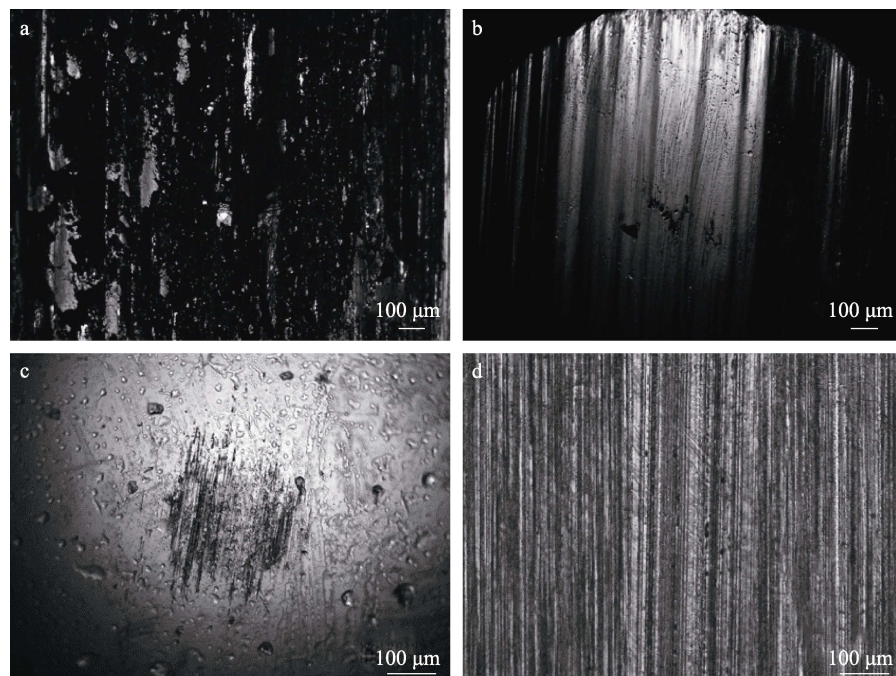


图 11 未镀膜 USS122G 基底在干摩擦条件下的磨痕形貌 (a) 和对偶球磨斑形貌 (b), 未镀膜 USS122G 基底在脂润滑条件下的磨痕形貌 (c) 和对偶球磨斑形貌 (d)

Fig.11 Morphology of abrasion mark (a) and morphology of dyadic ball abrasion spot (b) of uncoated USS122G substrate under dry friction; morphology of abrasion mark (c) and morphology of dyadic ball abrasion spot (d) of uncoated USS122G substrate under grease lubrication



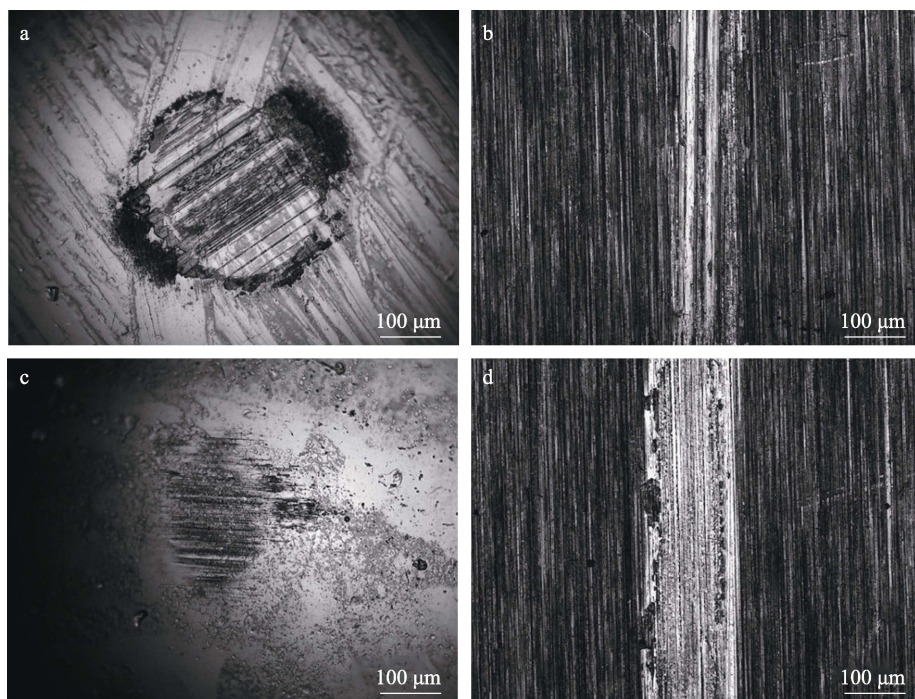


图 12 USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦条件下的磨痕形貌 (a) 和对偶球磨斑形貌 (b),  
USS122G-MoS<sub>2</sub> 在脂润滑条件下的磨痕形貌 (c) 和对偶球磨斑形貌 (d)  
Fig.12 Morphology of abrasion marks (a) and morphology of dyadic ball abrasion spot (b) of  
USS122G-MoS<sub>2</sub> under dry friction; morphology of abrasion mark (c) and morphology of  
dyadic ball abrasion spot (d) of USS122G-MoS<sub>2</sub> under grease lubrication

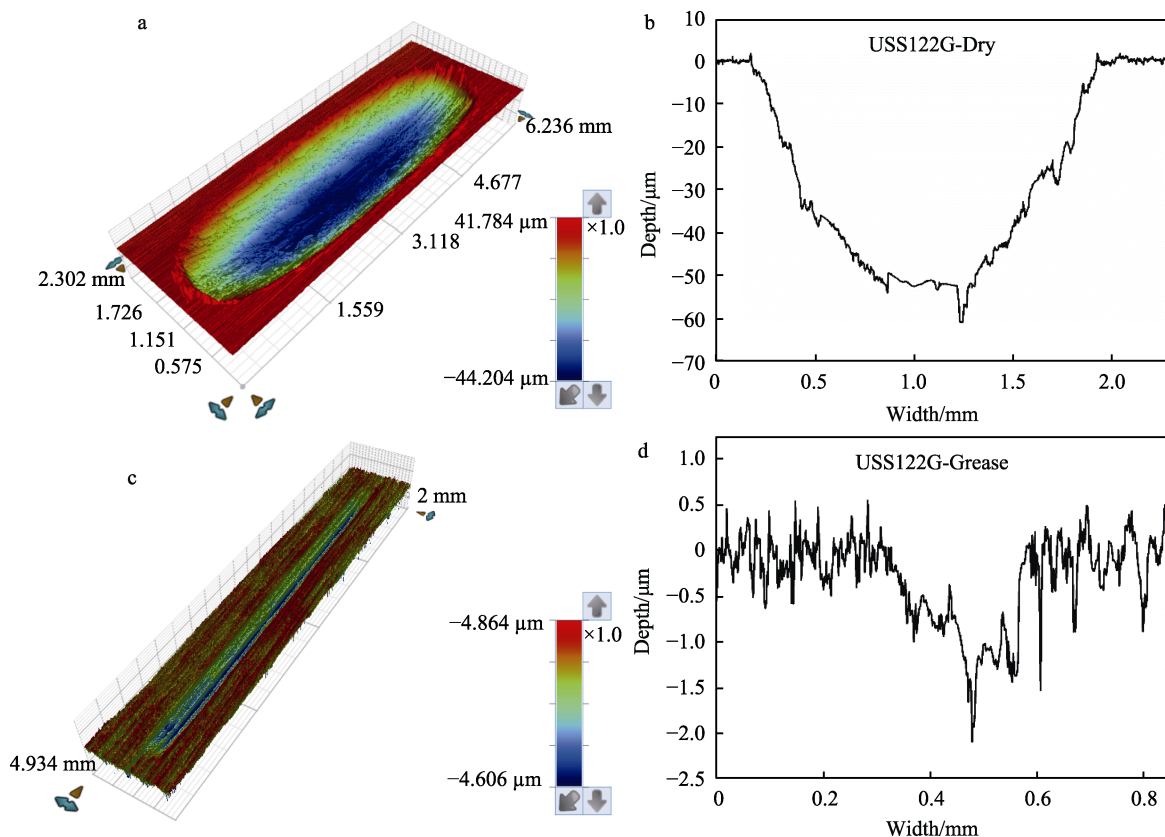


图 13 USS122G 在干摩擦条件下的磨痕三维形貌 (a) 和磨痕二维轮廓 (b),  
以及 USS122G 在脂润滑条件下的磨痕三维形貌 (c) 和磨痕二维轮廓 (d)  
Fig.13 Three-dimensional morphology (a) and two-dimensional profile (b) of abrasion marks of USS122G under dry friction;  
three-dimensional morphology (c) and two-dimensional profile (d) of abrasion marks of USS122G under grease lubrication

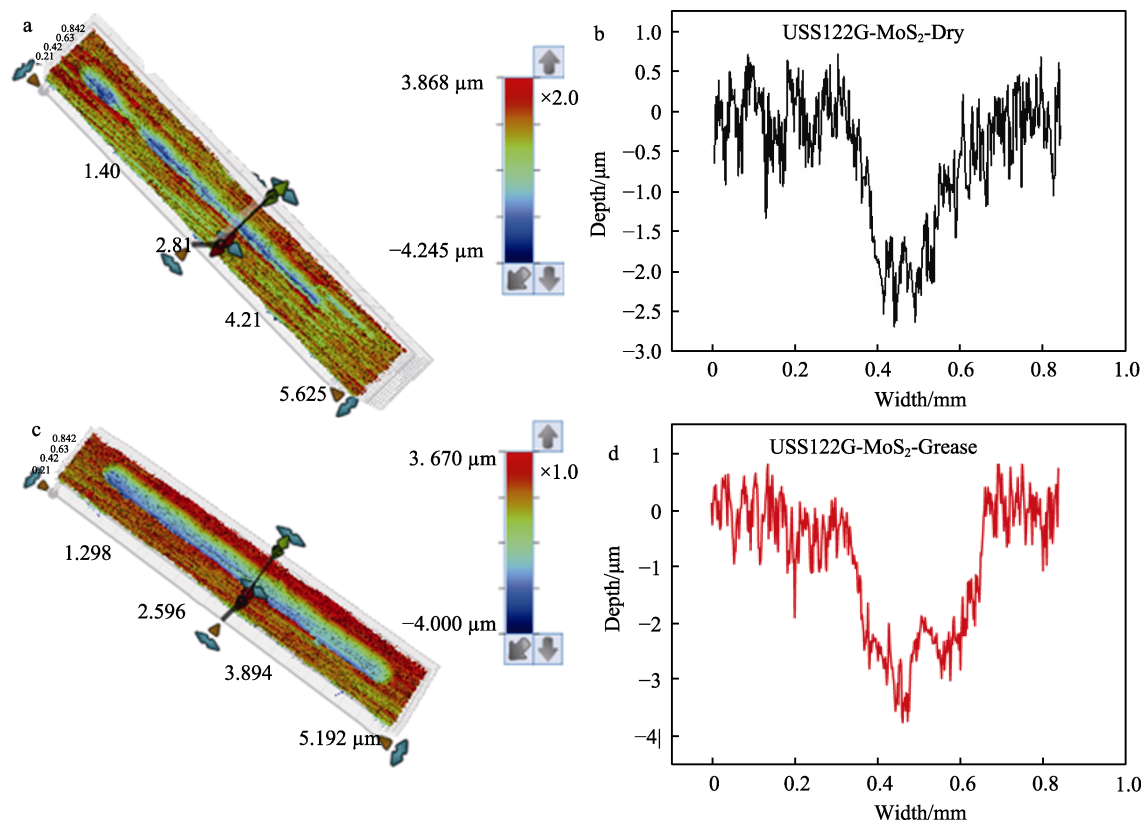


图 14 USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦条件下的磨痕三维形貌 (a) 和磨痕二维轮廓 (b), 以及 USS122G-MoS<sub>2</sub> 在脂润滑条件下的磨痕三维形貌 (c) 和磨痕二维轮廓 (d)

Fig.14 Three-dimensional morphology (a) and two-dimensional profile (b) of abrasion marks of USS122G-MoS<sub>2</sub> under dry friction; three-dimensional morphology (c) and two-dimensional profile (d) of abrasion marks of USS122G-MoS<sub>2</sub> under grease lubrication

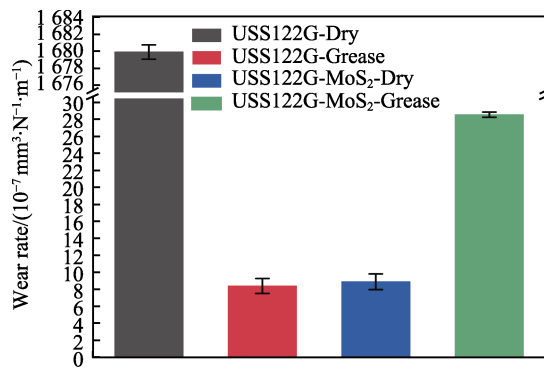


图 15 USS122G、USS122G-MoS<sub>2</sub> 在干摩擦和脂润滑条件下的磨损率

Fig.15 USS122G and USS122G-MoS<sub>2</sub> under dry friction and grease lubrication with wear rate

USS122G 不锈钢相比, USS122G-MoS<sub>2</sub> 显著改善了摩擦学性能, 这是由于 MoS<sub>2</sub> 本身的层间滑动导致的优异的润滑性能。MoS<sub>2</sub> 层与层之间的距离较远, 约为 1.230 nm, 层间只能以较弱的范德华力相连接, 所以层间的移动非常容易, 因此 MoS<sub>2</sub> 具有非常优异的固体润滑性能。

在脂润滑条件下, 对比镀 MoS<sub>2</sub> 薄膜与未镀膜 2 种基底的摩擦结果可知, USS122G 不锈钢在脂润滑条件下的摩擦因数在 0.12 左右, 磨损率均值为

$8.90 \times 10^{-8} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ , 而脂润滑下 USS122G-MoS<sub>2</sub> 摩擦因数较干摩擦高且一直稳定在 0.103 左右, 磨损率均值为  $3.0 \times 10^{-7} \text{ mm}^3/(\text{N} \cdot \text{m})$ 。添加润滑脂后磨斑磨痕表面磨损轻微, 仅存在少量犁沟, 这是由于油膜隔绝了摩擦副之间的直接接触, 以及片层石墨烯在摩擦界面的层间滑移和承载作用。与未镀膜 USS122G 不锈钢相比, USS122G-MoS<sub>2</sub> 摩擦因数略有降低, 但是磨损率却增加了, 这可能是由于 MoS<sub>2</sub> 与石墨烯润滑脂的界面匹配性不如 USS122G 钢基底, 导致 MoS<sub>2</sub> 薄膜提高了试样的磨损率。

### 3 结论

1) MoS<sub>2</sub> 薄膜因其优良的力学性能可提升基体材料的力学性能, 且作为薄的防护层, 阻隔腐蚀介质对基体的侵蚀; MoS<sub>2</sub> 薄膜与基体之间的界面结合力较好(膜基结合力 17 N), 其薄膜样件( USS122G-MoS<sub>2</sub>) 镀层脱落的最大弯曲力约为 3 695 N。

2) USS122G-MoS<sub>2</sub> 疲劳样件, 其低周疲劳失效原因为强度偏低的区域先发生准解理断裂, 然后发生疲劳开裂, 最终断裂失效; 而在滚动接触疲劳测试中, 较未镀膜的 USS122G 钢, 镀 MoS<sub>2</sub> 试样的磨痕深度更浅、宽度更窄。

3) MoS<sub>2</sub> 薄膜能够显著提升 USS122G 钢基体在干摩擦下的减摩和抗磨性能, 归因于 MoS<sub>2</sub> 薄膜本征优异的润滑性能; 而脂润滑条件下基体减摩性能的提升归因于基材本征力学性能和摩擦界面润滑油膜的低剪切作用。

#### 参考文献:

- [1] JOSE L A J, BRINTRUP A, SALONITIS K. Analysing the Evolution of Aerospace Ecosystem Development[J]. PLoS One, 2020, 15(4): e0231985.
- [2] TIAN S, LIU Z B, FU R L, et al. Investigation of Stress Corrosion Cracking Behavior and Mechanism Analysis of a 1 900 MPa-Grade Ultra-High-Strength Stainless Steel [J]. Journal of Iron and Steel Research International, 2022, 29(9): 1474-1484.
- [3] CUI W Y, CHEN H Z, ZHAO J X, et al. Progresses on Cryo-Tribology: Lubrication Mechanisms, Detection Methods and Applications[J]. International Journal of Extreme Manufacturing, 2023, 5(2): 022004.
- [4] ZHONG W, DENG S B, WANG K, et al. Feasible Route for a Large Area Few-Layer MoS<sub>2</sub> with Magnetron Sputtering[J]. Nanomaterials, 2018, 8(8): 590.
- [5] MA L R, LUO J B. Thin Film Lubrication in the Past 20 Years[J]. Friction, 2016, 4(4): 280-302.
- [6] GONG C Y, XIAO J R, ZHU L W, et al. Crystal Structure and Tribological Properties of Molybdenum Disulfide Films Prepared by Magnetron Sputtering Technology[J]. Current Applied Physics, 2019, 19(12): 1318-1324.
- [7] ZHANG D L, LI Z B, KLAUSEN L H, et al. Friction Behaviors of Two-Dimensional Materials at the Nanoscale[J]. Materials Today Physics, 2022, 27: 100771.
- [8] ZHANG S, MA T B, ERDEMIR A, et al. Tribology of Two-Dimensional Materials: From Mechanisms to Modulating Strategies[J]. Materials Today, 2019, 26: 67-86.
- [9] JU H B, WANG R, DING N, et al. Improvement on the Oxidation Resistance and Tribological Properties of Molybdenum Disulfide Film by Doping Nitrogen[J]. Materials & Design, 2020, 186: 108300.
- [10] WUENSCHELL J K, PAYTON A B, LINCE J R, et al. Laser Processing of Thin Film Sputtered MoS<sub>2</sub>: Thinning, Oxidation, and Crystallization[J]. 2020, 127(14): 145305.
- [11] BODIK M, SOJKOVA M, HULMAN M, et al. Friction Control by Engineering the Crystallographic Orientation of the Lubricating Few-Layer MoS<sub>2</sub> Films[J]. Applied Surface Science, 2021, 540: 148328.
- [12] FURLAN K P, DE MELLO J D B, KLEIN A N. Self-Lubricating Composites Containing MoS<sub>2</sub>: A Review [J]. Tribology International, 2018, 120: 280-298.
- [13] VAZIRISERESHK M R, MARTINI A, STRUBBE D A, et al. Solid Lubrication with MoS<sub>2</sub>: A Review[J]. Lubricants, 2019, 7(7): 57.
- [14] KOKALJ D, DEBUS J, STANGIER D, et al. Controlling the Structural, Mechanical and Frictional Properties of MoS<sub>x</sub> Coatings by High-Power Impulse Magnetron Sputtering[J]. Coatings, 2020, 10(8): 755.
- [15] YANG Y S, FAN X Q, YUE Z F, et al. Synergistic Lubrication Mechanisms of Molybdenum Disulfide Film under Graphene-Oil Lubricated Conditions[J]. Applied Surface Science, 2022, 598: 153845.
- [16] ZHUANG W H, FAN X Q, LI W, et al. Comparing Space Adaptability of Diamond-Like Carbon and Molybdenum Disulfide Films Toward Synergistic Lubrication[J]. Carbon, 2018, 134: 163-173.
- [17] ZHUANG W H, LI H, LI W, et al. Probing Fretting Performance of DLC and MoS<sub>2</sub> Films under Fluid Lubrication[J]. Applied Surface Science, 2019, 478: 661-679.
- [18] LIU Z, LIANG J, SU J, et al. Research and Application Progress in Ultra-High Strength Stainless Steel[J]. Jinshu Xuebao/Acta Metallurgica Sinica, 2020, 56(4): 549-57.
- [19] LI X P, GAN C L, HAN Z Y, et al. High Dispersivity and Excellent Tribological Performance of Titanate Coupling Agent Modified Graphene Oxide in Hydraulic Oil[J]. Carbon, 2020, 165: 238-250.
- [20] LIN K Y, ZHAO Z, LI Y T, et al. Well-Dispersed Graphene Enhanced Lithium Complex Grease Toward High-Efficient Lubrication[J]. Chinese Journal of Mechanical Engineering, 2023, 36(1): 133.
- [21] LIU Y F, LI J J, YI S, et al. Enhancement of Friction Performance of Fluorinated Graphene and Molybdenum Disulfide Coating by Microdimple Arrays[J]. Carbon, 2020, 167: 122-131.
- [22] BABUSKA T F, CURRY J F, DUGGER M T, et al. Quality Control Metrics to Assess MoS<sub>2</sub> Sputtered Films for Tribological Applications[J]. Tribology Letters, 2022, 70(4): 103.
- [23] KARATAŞ A, YLMAZ M. Molybdenum Disulfide Thin Films Fabrication from Multi-Phase Molybdenum Oxide Using Magnetron Sputtering and CVD Systems Together [J]. Superlattices and Microstructures, 2020, 143: 106555.
- [24] ANTUNES F V. Fatigue Crack Growth in Metallic Materials[J]. Materials, 2022, 16(1): 11.
- [25] LI H F, LIU Y Q, ZHANG P, et al. A Full-Stage Fatigue Crack Growth Model for Metallic Materials[J]. International Journal of Fatigue, 2023, 172: 107662.
- [26] SHLYANNIKOV V N. Creep-Fatigue Crack Growth Rate Prediction Based on Fracture Damage Zone Models[J]. Engineering Fracture Mechanics, 2019, 214: 449-463.