

片状 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米复合材料的制备及其摩擦学性能研究

李文静¹ 唐 华² 罗 聪² 李长生^{*2} 唐国钢^{2,3}

梁家青² 王 芬² 晋 跃² 李冬生²

(¹ 江苏大学化学化工学院, 镇江 212013)

(² 江苏大学材料科学与工程学院, 江苏省摩擦学重点实验室, 镇江 212013)

(³ 镇江高等专科学校化工系, 镇江 212003)

摘要: 将钼粉与升华硫和硒粉的混合粉末按一定化学计量比混合, 通过固相反应法成功制备出了均匀的片状纳米颗粒。分别使用 X 射线粉末衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)以及透射电子显微镜(TEM)对该纳米粉体进行结构表征和分析, 发现该粉体为 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 混合晶相, 晶粒尺寸在 300~600 nm, 厚度约为 5 nm 的片状结构。将该 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片作为润滑油添加剂添加到基础油中, 使用 UMT-2 型摩擦磨损试验机对其摩擦学性能进行测试, 并对摩擦机理进行了解释, 结果表明 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片作为润滑油添加剂具有良好的减摩抗磨性能。

关键词: $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米复合材料; 固相法; 摩擦性能; 固体添加剂

中图分类号: O614.61²; O613.52

文献标识码: A

文章编号: 1001-4861(2012)08-1587-06

Preparation and Tribological Properties of Plate-Like $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ Nanocomposites

LI Wen-Jing¹ TANG Hua² LUO Cong² LI Chang-Sheng^{*2} TANG Guo-Gang^{2,3}

LIANG Jia-Qing² WANG Fen² JIN Yue² LI Dong-Sheng²

(¹School of Chemistry and Chemical Engineering, Jiangsu University, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China)

(²School of Mechanical Science and Engineering, Jiangsu University,

Key Laboratory of Tribology of Jiangsu Province, Zhenjiang, Jiangsu 212013, China)

(³Department of Chemical Engineering, Zhenjiang College, Zhenjiang, Jiangsu 212003, China)

Abstract: The plate-like nanoparticles with uniform size were synthesized by a Solid-state thermal reaction successfully between micro-sized Mo with the mixed powders of S and Se, and then studied by X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and transmission electron microscopy (TEM) to determine the microstructure and morphology. The result indicated that the nanoplates were composite phases of $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes with a length of 300-600 nm and thickness of 5 nm. The tribological properties of $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes were measured on UMT-2 tribo-tester and a tribological mechanism was proposed. The results show that $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes exhibit excellent properties of friction and wear as an additive of base oil.

Key words: $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanocomposites; solid-state thermal reaction; tribological properties; solid additive

近年来, 过渡族金属硫硒化物 MX_2 ($\text{M}=\text{Mo}, \text{W}$, Nb 等; $\text{X}=\text{S}, \text{Se}$), 由于其独特的物理化学性质和新

颖的结构, 受到人们的广泛关注和深入研究^[1-5]。这些物质被广泛用做锂离子电池电极、润滑油添加

收稿日期: 2012-01-02。收修改稿日期: 2012-02-28。

江苏省自然科学基金(No.BK2011534); 兰州化学物理所固体润滑国家重点实验室开放基金(No.20101008); 江苏省摩擦学重点实验室开放基金(No.kjsmcx1005); 江苏大学高级人才启动基金(No.09JDC009)资助项目。

*通讯联系人。E-mail: lichangsheng@ujs.edu.cn

剂、新型催化剂以及热电材料等^[6-9]。其中,MoS₂作为过渡族金属硫硒化物中的重要一员,由于其特殊的六方晶系层状结构,而使其具有许多奇特的性质^[10-13]。由图 1 MoS₂ 晶体结构示意图可以看出,MoS₂ 具有典型的三明治结构,即在 2 个 S 层之间夹着 1 个金属 Mo 层。在 MoS₂ 的晶体结构中,S-Mo-S 层内,每个 Mo 原子配位数均为 6,每 2 个 S-Mo-S 单元构成 1 个晶胞。其层内通过很强的化学键结合,而层与层之间通过弱的范德华力相结合,层内键作用力强而层间力相对较弱,使得层与层间的抗剪切能力较差^[14,15]。因此,MoS₂ 在被用作润滑油添加剂受到剪切力时很容易发生层间的滑动,从而起到减摩的作用^[16-18]。

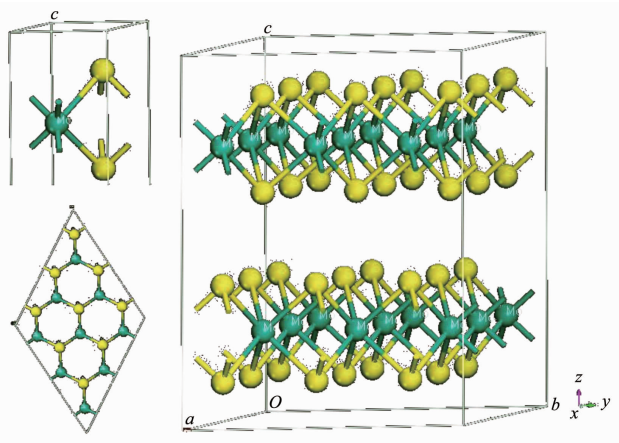


图 1 MoS₂ 晶体结构示意图

Fig.1 Crystal structure of MoS₂

目前,制备 MoS₂ 的方法主要有固-气反应,激光溅射,电弧放电,热分解法,溶剂热法等。比如,Mastai 等^[19]利用超声波电化学技术,采用(NH₄)₂MoS₄ 和 Na₂SO₄ 电解质溶液,在室温下合成了类富勒烯的 MoS₂ 纳米微粒;吴壮志^[20]等在低温条件下,以十二烷基苯磺酸钠(SDBS)和聚乙二醇(PEG)为表面活性剂,采用液相还原法制备了 MoS₂ 纳米杆;李亚栋等^[16]通过制备 MoO₃ 作为前驱物,在高温下与硫粉反应,制备出具有不同直径的 MoS₂ 纳米管,并提出了卷曲机制。近年来,有关 MoS₂ 的掺杂制备出复合晶相的方法及其应用逐渐成为人们的研究热点。Polcar 等^[21]通过电沉积法制备了 Mo-Se-C 和 W-S-C 固体自润滑薄膜,发现 W-S-C 薄膜硬度提高且热稳定性增强,而 Mo-Se-C 薄膜在潮湿空气中的摩擦系数明显降低;Brorson 等^[22]利用 HAADF-STEM(高角暗场像)技术对 Co-Mo-S, Ni-Mo-S 以及 Ni-W-S 等纳

米颗粒在加氢脱硫(HDS)催化过程中的微观形貌进行了研究,并提出在工业 HDS 催化过程中 MoS₂ 起到主要作用。

本文通过固相反应法将 Mo 粉、Se 粉以及升华硫按一定比例混合,成功制备出了颗粒尺寸均匀、分散性较好的 MoS₂/MoS_{1.5}Se_{0.5} 纳米片,并将该纳米片做为润滑油添加剂添加到基础油中测试其摩擦性能,同时对其摩擦机理进行了讨论。

1 实验部分

1.1 MoS₂/MoS_{1.5}Se_{0.5} 纳米片的制备

本实验中所用试剂药品均为分析纯。

将升华硫(S)和硒粉(Se)按 5:1 的物质的量比混合,再将混合粉末与钼粉(Mo)按 2.5:1 的物质的量比混合。按球料比 10:1 的比例称取 50 克不锈钢球(直径 6mm)连同待反应粉末一起放入洁净的球磨机不锈钢罐中,加盖密封,并抽出罐内的空气然后冲入 Ar 气,反复 5 次,以确保罐内的空气被充分排出。在行星球磨机上球磨 10 h(球磨机自转速度 200 r·min⁻¹),使 3 种粉末混合均匀。取出球磨罐中的待反应物,置于不锈钢反应釜中密封,抽出反应釜中空气,通入 Ar 气,反复 5 次,将其放入管式反应炉中以 7 °C·min⁻¹ 的速度加热到 900 °C 后保温 1 h。随炉冷却至室温,得到黑色粉末。

1.2 摩擦性能测试

将制备的 MoS₂/MoS_{1.5}Se_{0.5} 纳米片分别以质量分数为 1%、3%、5%、7%,纯 MoS₂ 以质量分数为 5% 添加到基础油 HVI750 中,利用超声波发生器将固体粉末均匀分散到基础油中,配制成混浊液油样。在 UMT-2 型摩擦磨损试验机上考察基础油和含有不同质量分数添加剂的混合油样的摩擦学性能,测定不同载荷和不同转速下摩擦系数的变化情况。摩擦实验采用球-盘式摩擦,转速为 100~600 r·min⁻¹,载荷为 6~80 N,实验时间为 30 min。实验所用不锈钢球型号为 440-C (9Cr18),直径为 3 mm,硬度为 HRC62。

1.3 表征与测试

采用德国布鲁克公司生产的 D8ADVANCE X 射线衍射仪进行 XRD 测试,使用 Cu 靶 K α 辐射, $\lambda=0.1546$ nm,扫描步长 0.02°,扫描范围 20°~70°。采用日本 JEOL 公司的 JSM-7001F 型扫描电子显微镜观察产物的微观形貌和结构。摩擦实验在 UMT-2 型摩擦磨损试验机上进行。

2 结果与讨论

2.1 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的结构与形貌分析

图 2 为固相法制备的 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的 XRD 图, MoS_2 (PDF No.65-0160; 绿色) 与 $\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ (PDF No.36-1407; 红色) 的特征峰及晶面已在图中分别标出。通过分析可知, MoS_2 的 (002) 面衍射峰 ($2\theta=14.396^\circ$) 与 $\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 的 (002) 面衍射峰 ($2\theta=14.339^\circ$) 基本重合, (002) 面衍射峰最强且其余衍射峰相对较弱, 说明晶体主要沿 (002) 面生长; MoS_2 与 $\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 的 (100)、(103) 和 (105) 面衍射峰的半高宽均有明显宽化 ($32^\circ\sim 35^\circ$; $38^\circ\sim 41^\circ$; $48^\circ\sim 51^\circ$), 排除仪器测量误差, 可以确定是由于产物的晶粒粒径变小造成的; MoS_2 的 (006)、(110) 及 (112) 面衍射峰向小角度方向发生了偏移, 这是由于 Se 原子的半径大于 S 原子, 取代后发生晶格膨胀所致^[24-26]。此 XRD 图可以认为是 MoS_2 与 $\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 的复合晶相。

图 3 是 900°C 下在不锈钢反应釜中真空烧结 1 h 所制备的 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的 SEM 和 TEM 图以及纯 MoS_2 的 SEM 图(图 a 内嵌)。从图 3.a 可以看出所制备的 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米复合粉体为尺寸

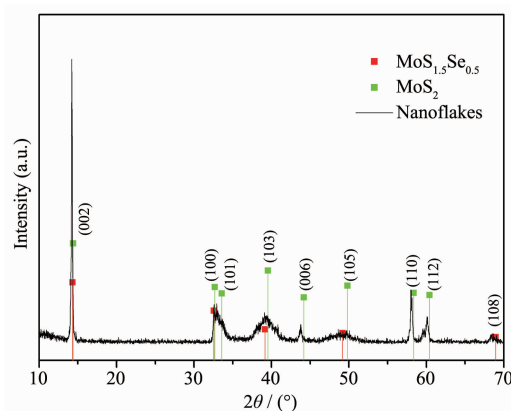


图 2 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的 XRD 图

Fig.2 XRD patterns of the $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes

均匀、分散性较好的片状结构, 该纳米片的直径在 $300\sim 600\text{ nm}$ 之间, 颗粒表面比较光滑(图 3b); 与纯 MoS_2 相比(图 3a 内嵌图), 晶体尺寸明显细化, 与 XRD 分析结果一致。 MoS_2 与 $\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的厚度约为 5 nm (图 3c), 通过高分辨透射电镜(图 3d)可以计算出其晶格条纹间距约为 0.611 nm , 此值与 XRD 分析所得的由 (002) 面的衍射峰半高宽计算的 0.612 nm 相符; 图中晶格条纹明显扭曲 (如圈中部

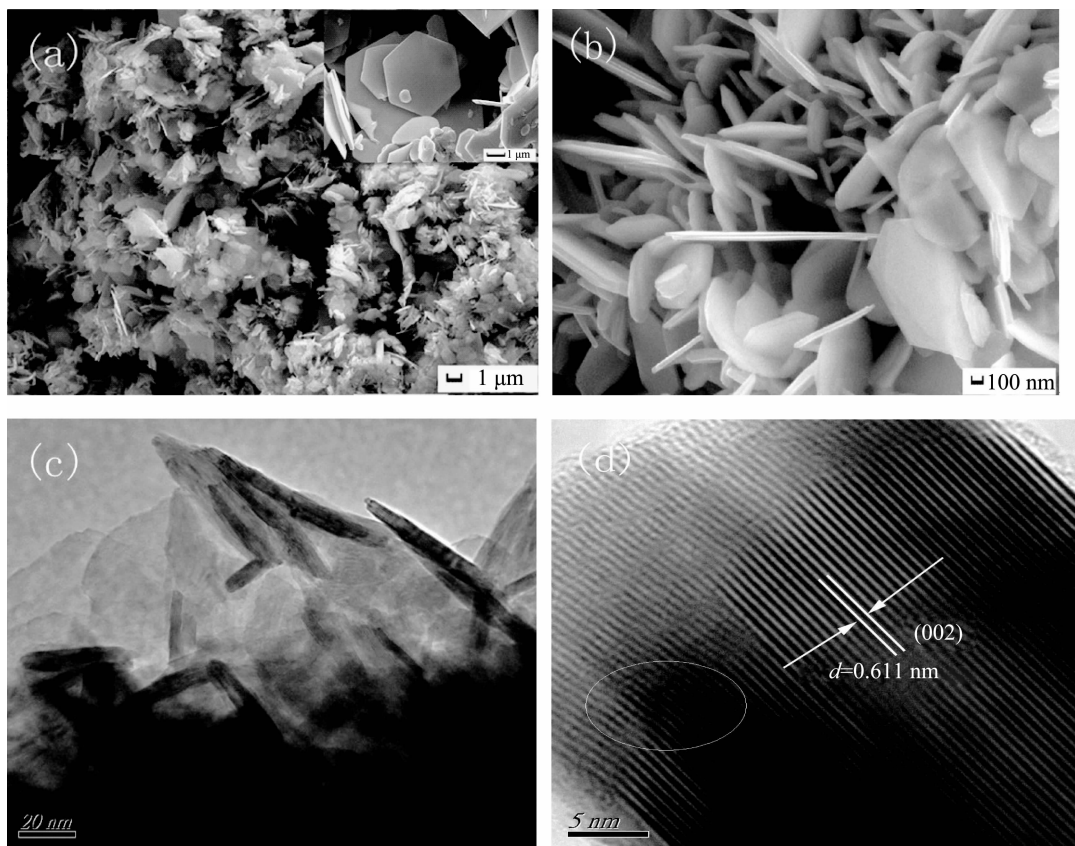


图 3 (a)、(b)纯 MoS_2 (内嵌图)与 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的 SEM 图, (c)、(d) $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的 TEM 图

Fig.3 (a), (b) SEM images of $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes; (c), (d) TEM images of $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes

分),这可能是因为 Se 原子取代部分 S 原子后,导致 MoS_2 晶胞参数发生了变化。

2.2 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的摩擦性能

摩擦实验结果如图 4、图 5 和图 6 所示。

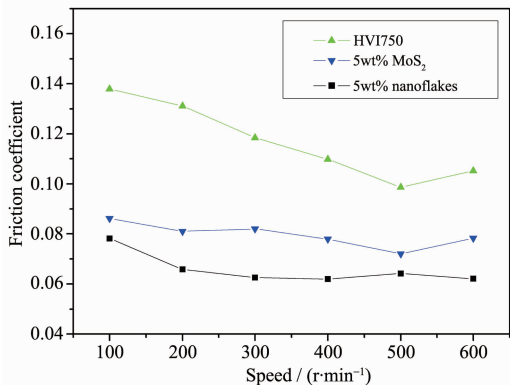


图 4 基础油 HVI750、添加 5wt% 纯 MoS_2 以及 5wt% $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的基础油在载荷为 40 N 时,摩擦系数随转速不同的变化曲线

Fig.4 Frictional coefficients of the basic oil HVI750 and the oil with contents of 5wt% MoS_2 , 5wt% $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes at the loads of 40 N under diverse speeds

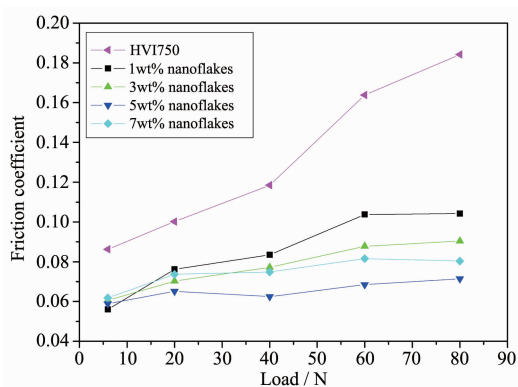


图 5 基础油 HVI750、添加不同质量分数(1wt%~7wt%) $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的基础油 HVI750 在转速为 $300\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 条件下摩擦系数随载荷不同的变化曲线

Fig.5 Frictional coefficients of the basic oil HVI750 with different $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes contents (1wt%~7wt%) at the speed of $300\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ under different loads

图 4 为分别添加纯 MoS_2 和 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片质量百分比 5% 的混合油样以及基础油 HVI750, 在实验载荷为 40 N 的条件下随转速变化 ($100\sim600\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$) 的摩擦曲线图。从图中可以看出, 纯 MoS_2 和 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片在各实验转速下相比基础油均具有减摩的效果, 且添加了 $\text{MoS}_2/$

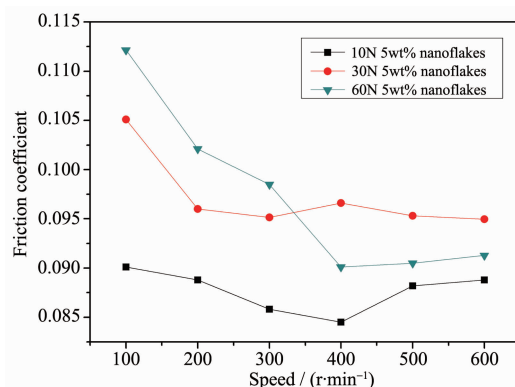


图 6 添加 5wt% $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的基础油 HVI750 在不同载荷 (10 N、30 N、60 N) 条件下摩擦系数随转速不同的变化曲线

Fig.6 Frictional coefficients of the basic oil HVI750 with the contents of 5wt% $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes at the different loads (10 N, 30 N, 60 N) under diverse speeds

$\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的油样其摩擦系数明显小于纯 MoS_2 。

将 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片含量分别为 1wt%、3wt%、5wt%、7wt% 的混合油与基础油 HVI750, 分别在载荷为 6 N、20 N、40 N、60 N、80 N 条件下, 测试 30 min 所得的平均摩擦系数曲线图, 如图 5 所示。由图可知, 添加了 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的润滑油相比基础油的减摩性和抗压能力都有大幅度的改善, 且添加 5wt% 纳米粉体的油样减摩性最好。由此可见, $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片作为润滑油添加剂在使用时存在一个最佳添加配比。

图 6 为添加 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片质量百分比 5% 的混合油样, 在实验载荷分别为 10 N、30 N 和 60 N 随转速变化 ($100\sim600\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$) 的摩擦曲线图。从图中可以看出, 不同载荷条件下的混合油样, 随实验转速的增加整体呈现出先下降再逐步趋于平稳的趋势, 较高实验载荷下这一特征变化尤为明显。图 7 是混合油样在载荷为 60 N、转速 $300\text{ r}\cdot\text{min}^{-1}$ 条件下, 测试 30 min 后轮廓仪的磨痕图。从图中可直观地看出添加 5wt% MoS_2 与 $\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的润滑油的磨痕尺寸 (宽度和深度分别为 $315\text{ }\mu\text{m}$ 和 $2\text{ }\mu\text{m}$) (图 7a) 小于基础油的磨痕尺寸 (宽度和深度分别为 $428\text{ }\mu\text{m}$ 和 $3\text{ }\mu\text{m}$) (图 7b), 且磨痕表面轮廓明显光滑平整。

由以上实验分析可知, $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片做为润滑油添加剂能够有效降低摩擦系数、提高基础油的承载能力。其减摩抗磨机理可能是:

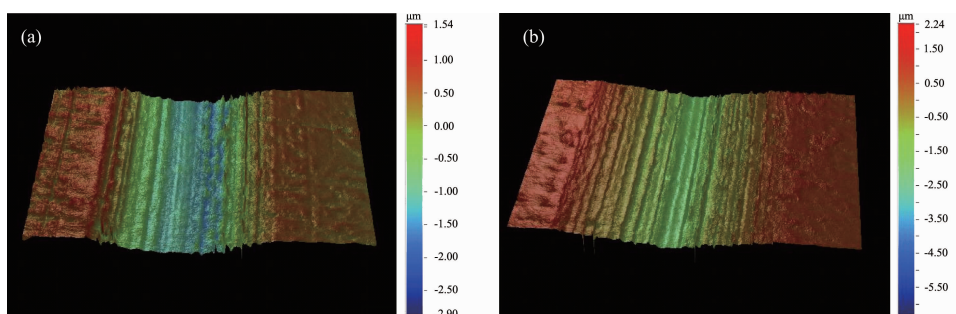


图 7 (a) 添加 5wt% $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的基础油 HVI750, (b) 基础油 HVI750 在转速 $300 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ 、载荷 60N 的润滑条件下轮廓仪磨痕对比图

Fig.7 Non-contact optical profile testing instrument contrast images of wear scar at $300 \text{ r} \cdot \text{min}^{-1}$ under 60 N loads.

(a) 5wt% $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes +base oil HVI750 (b) base oil HVI750

(1) $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片为尺寸均匀、分散性较好的片层结构,在实验过程中,润滑油中的 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片比之粒径尺寸较大的纯 MoS_2 能够更好地分散在摩擦副之间,从而避免了摩擦副的直接接触,使摩擦成为滑动和滚动摩擦的复合运动,进而起到降低摩擦系数、保护摩擦副的作用。

(2) 在高载荷情况下,由于摩擦副间的挤压,当压力达到一定程度时, $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片的晶体结构被破坏,发生层间的滑动(如图 8 所示),被破坏的纳米碎片进而随着润滑油的流动填充到磨痕的犁沟处,起到“微轴承”的作用^[27],从而使润滑油的承载能力增强,并在一定程度上起到修复磨痕表面的作用,使 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片在高载荷条件下仍能起到减摩效果。

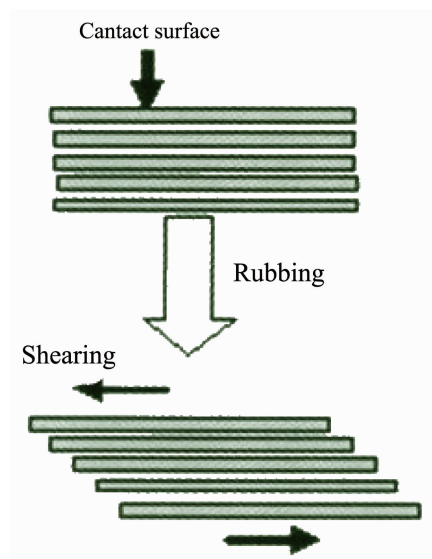


图 8 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片在高载荷下的摩擦机理示意图

Fig.8 Tribological mechanism of the $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ nanoflakes at high loads

3 结 论

利用固相反应法成功制备出了结晶度较好、表面光滑的 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片,该纳米片直径约为 300~600 nm,厚度为 5 nm 左右。将该 $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片作为润滑油添加剂添加到基础油中进行摩擦磨损试验,结果表明, $\text{MoS}_2/\text{MoS}_{1.5}\text{Se}_{0.5}$ 纳米片能够显著改善基础油 HVI750 的减摩抗磨性能,有效降低摩擦系数、保护摩擦副,在高载荷条件下效果尤为明显,并具有自修复摩擦表面的功能。

参考文献:

- [1] Li G W, Li C S, Tang H, et al. *J. Alloys Compd.*, **2010**,**501**: 275-281
- [2] Cao K S, Li C S, Yang X F, et al. *Mater. Lett.*, **2011**,**65**: 1231-1233
- [3] Tang H, Cao K S, Wu Q, et al. *Cryst. Res. Technol.*, **2011**, **46**(2):195-200
- [4] LI Guo-Wei(李国伟), JIN Yue (晋跃), LI Chang-Sheng(李长生), et al. *Chinese J. Inorg. Chem. (Wuji Huaxue Xuebao)*, **2010**,**26**(8):1472-1476
- [5] Tang H, Li C S, Yang X F, et al. *Cryst. Res. Technol.*, **2011**, **46**(4):400-404
- [6] Yang J, Yao H, Liu Y, et al. *Nanoscale Res. Lett.*, **2008**,**3**: 481-485
- [7] FU Xun(傅洵), SHI Hua-Qiang(石华强), ZHOU Xiao-Dong (周晓东), et al. *Chinese J. Tribol. (Mocaxue Xuebao)*, **2007**, **27**:35-40
- [8] Feng C, Ma J, Li H, et al. *Mater. Res. Bull.*, **2009**,**44**:1811-1815
- [9] Li T, Galli G. *J. Phys. Chem. C*, **2007**,**111**:16192-16196
- [10] Arslan E, Totik Y, Bayrak O, et al. *J. Coat. Technol. Res.*, **2010**,**7**(1):131-137

- [11]Jeffrey R, Lince H, Kim I, et al. *Thin Solid Films*, **2009**, **517**:5516-5522
- [12]Tiwari K R, Yang J S, Saeys M, et al. *Surf. Sci.*, **2008**,**602**: 2628-2633
- [13]Shi Y F, Wan Y, Liu R L, et al. *J. Am. Chem. Soc.*, **2007**, **129**:9522-9531
- [14]Pol S V, Pol V G, Moreno G, et al. *J. Phys. Chem. C*, **2008**, **112**:5356-5360
- [15]Parilla P, Dillon A C, Parkinson B, et al. *J. Phys. Chem. B*, **2004**,**108**:6197-207
- [16]HU Kun-Hong(胡坤宏), Schraube S, XU Yu-Fu(徐玉福), et al. *Chin. J. Tribol.(Mocaxue Xuebao)*, **2010**,**30**(1):38-45
- [17]TANG Guo-Gang(唐国钢), LI Chang-Sheng(李长生), TANG Hua(唐华), et al. *Chinese J. Inorg. Chem.(Wuji Huaxue Xuebao)*, **2011**,**27**(7):1368-1372
- [18]JIN Yue(晋跃), LI Chang-Sheng(李长生), WANG Mu-Ju(王木菊), et al. *Chin. J. Vac. Sci. Technol.(Zhenkong Kexue Yu Jishu Xuebao)*, **2011**,**31**(5):646-651
- [19]Mastai Y, Homyonfer M, Gedanken A, et al. *Adv. Mater.*, **1999**,**11**(2):1010-1013
- [20]WU Zhong-Zhi(吴壮志), WANG De-Zhi(王德志), XU Bing (徐兵). *Mater. Mechan. Eng. (Jixie Gongcheng Cailiao)*, **2009**,**33**(1):47-50
- [21]Li X L, Li Y D. *Chem.-A Europ. J.*, **2003**,**12**(9):2726-2731
- [22]Polcara T, Evaristo M, Cavaleiro A. *Wear*, **2009**,**266**:388-392
- [23]Brorson M, Carlsson A, Topse H. *Catal. Today*, **2007**,**123**: 31-36
- [24]Zuo T S, Sun Z P, Zhao Y L, et al. *J. Am. Chem. Soc.*, **2010**,**132**:6618-6619
- [25]Norris D J, Efros A L, Erwin S C., *Science*, **2008**,**319**:1776-1779
- [26]Erwin S C, Zu L, Haftel M I, et al. *Nature*, **2005**,**436**:91-94
- [27]Tomimoto M, Mizuhara K, Yamamot T. *Tribol.Trans.*, **2002**, **45**(1):94-102