

图 12 Monel K-500 合金的磨损深度-负荷曲线

的、价廉的、非视线技术。它特别适用于形状复杂的工业零部件,大的或重的工业零部件。

2. 被注入的原子浓度和深度满足了材料表面改性的需要。

3. 对工业零部件进行批量处理的情况下, 仍可获得很好的剂量均匀性。

4. 使许多工业零部件, 诸如刀具、模具、冲头、钻头、医用人工膝关节、航空轴承、汽车发动机零件等的表面硬度、抗磨损、抗腐蚀及耐摩擦性能均有很大提高。

5. 它不仅适用于金属材料, 也适合于塑料、陶瓷, 也可用于半导体材料处理。

6. PSII 技术可被扩展到多种模式运行, 诸如离子束混合、离子束增强沉积、类金刚石碳膜、高温注入、高剂量率等。溅射沉积和金属蒸

汽真空电弧等离子体源的采用, 使我们既可进行气体离子注入, 也可进行固体离子注入。RF 源的采用可获得更为均匀及稳定的等离子体。这一切可使 PSII 技术工业应用范围大大扩展。

我们在实验室中对 PSII 技术及其应用所作的大量研究表明: PSII 技术的工业应用前景是十分乐观的, 但是在 PSII 技术工业规模应用之前, 仍需要克服许多物理和技术问题。

- [1] J. R. Conrad, *J. Appl. Phys.*, **62**(1987), 777.
- [2] J. R. Conrad et al., *J. Appl. Phys.*, **62**(1987), 4591.
- [3] B. Y. Tang et al., *J. Appl. Phys.*, **73**-9(1993), 4176.
- [4] X. Qiu et al., *Metallurgical Transactions*, **21A** (1990), 1663.
- [5] S. H. Han et al., *Nucl. Instr. and Meth. Phys. Res.*, **B45**(1990), 701.
- [6] J. R. Conrad et al., *Surface and Coatings Technology*, **36**(1988), 927.
- [7] K. Sridharan et al., *Materials Science and Engineering*, **A128**(1990), 259.
- [8] A. Chen et al., *Surface and Coatings Technology*, **50**(1991), 1.
- [9] M. Kawasaki et al., *Surface Science*, **227**(1990), 261.
- [10] G. J. Vandentop et al., *J. Vac. Sci. Technol. A*, **9** (1991), 2273.
- [11] J. R. Conrad et al., *J. Appl. Phys.*, **65**(1989), 1707.
- [12] M. Madapura et al., *J. Vac. Sci. Technol. A*, **8** (1990), 2169.

## 辉光放电-冷凝-原位加压制备纳米固体材料<sup>1)</sup>

朱 勇

(中国科学院固体物理研究所, 合肥 230031)

纳米固体材料是一种全新的类气体结构材料, 它具有许多特殊优异的性能。与目前已知的较大晶粒的多晶及非晶材料不同, 它在结构上表现为长程无序和短程有序<sup>[1]</sup>, 因而受到了科技界和工业界的重视。从德国的 H. Gleiter 教授发表第一篇有关纳米固体材料的文章以来<sup>[2]</sup>, 研究人员在制备、结构和性能等方面开展

了许多研究工作<sup>[3]</sup>。我们这里所指的纳米固体材料, 是由粒径为 1—15nm 左右(具有量子体积效应和表面效应, 对不同材料和不同性能所要求的粒径大小范围不同)的超细颗粒组成的固体材料。因为这是一种界面材料, 制备环境

1) 国家自然科学基金资助项目。

对其性能影响非常大。所以，在制备过程中应尽量减少颗粒表面的污染和吸附气体的机会。因此，通常在真空或不活泼气体环境中制备颗粒，然后原位加压成型。最常用的方法为惰性气体凝聚-原位加压方法。这种方法，有许多优点，但采用的是坩埚（常为钨钼等难熔金属）电阻加热蒸发，因而使制备的材料有一定的局限性。这里介绍一种辉光放电-冷凝-原位加压方法及部分实验结果。

这种方法的工作原理如图1所示。真空室抽至极限真空后（因为通入惰性气体为循环气流，所以本底真空为高真空即可，但要求真空室漏气率低，抽气泵抽气时对真空室几乎没有污染），充以惰性气体和其他所需气体。在靶和基板间加直流或射频电压产生辉光。通常靶采用磁控靶以提高溅射速率。对采用磁控靶台不易溅射的材料，采用电阻加热靶台而不用磁控靶台。以电阻加热使靶材升温，辉光等离子体辅助加热使靶材蒸发或同时与蒸发出来的颗粒反应生成反应生成物，即各种化合物，如氧化物、氮化物等。上部冷阱充液氮冷却。溅射或蒸发出来的物质在惰性气体中迅速冷却后成颗粒状冷凝在冷阱上。再次将真空室抽至极限真空后，用刮料器取下颗粒粉料，送至原位加压装置中加压成纳米固体材料。这里所需的压力通常为几个 GPa。因此，这种方法包括磁控（反应）溅射-冷凝-原位加压；电阻加热辉光等离子体反应-冷凝-原位加压；电阻加热两极溅射-冷凝-原位加压等。

我们在利用这种原理研制的 IAC-1 型纳米固体材料制备设备上，已经制备了金属钼、氮化钼等多种材料的纳米固体。对于难熔金属钼，在 0.5 Pa 的惰性气体环境中，加直流电压为 0.4 kV、电流 2 A 时，得到块状纳米固体样品的产率约为 7 mg/min，平均粒度为 8 nm，且颗粒分布比较均匀，粒度及结构的透射电镜形貌照片和电子衍射照片如图 2 和图 3 所示。

采用这种方法，与其他方法比较，其优点在于：可在真空或惰性气体环境中制备纳米固体材料，成本较低、产量较高；由于采用循环气流，

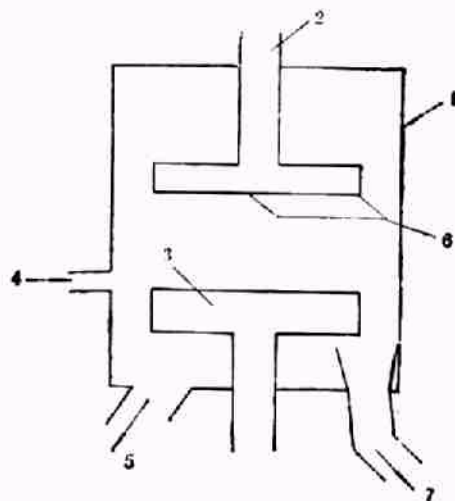


图1 原理示意图

1.真空室； 2.冷阱； 3.靶； 4.充气口；  
5.抽气口； 6.刮料器； 7.至加压装置



图2 纳米固体钼加压成型前颗粒的透射电镜形貌( $\times 10^4$ )



图3 纳米固体钼的电子衍射

所以不需太高的极限真空即可制备较清洁的纳米固体；由于不使用坩埚，所以制备材料不受坩埚材料的限制，可制备各种材料，包括复杂组分材料和难熔材料，免去了坩埚材料对制备材料成分的影响；除了择优溅射外，几乎不改变原材料  
(下转第 72 页)