研究通讯

直流磁控溅射—冷凝—原位加压制备纳米固体钼和氮化二钼*

纳米固体材料是由具有量子表面效应和体积效应的超微粒子构成的块状固体材料. 是近年来出现的一个新的非常活跃的领域. 本文介绍采用直流磁控溅射—冷凝—原位加压制备纳米固体钼和氮化二钼的部分实验结果.

材料制备是在自行研制的 IAC-1 型纳米固体材料制备设备上进行的，为辉光放电—冷凝—原位加压方法，包括：直流/射频磁控(反应)溅射、电阻加热辉光等离子体反应、电阻加热两极溅射—冷凝—原位加压等项功能. 其优点在于：不受坩锅影响，可制备复杂组份材料、导体、半导体、绝缘体及各种气体(如氧、氮等)的反应生成物等. 在制备纳米固体钼和氮化二钼时，用直流磁控(反应)溅射—冷凝—原位加压功能，采用纯钼靶(3N). 先将真空室抽真空至 4×10^{-4}Pa 后，充入循环气流. 制备纳米固体钼时，充高纯氩至 0.5Pa，加直流 0.4kV,2A，真空室上部冷阱加液氮冷却，待冷阱接收到一定量的超微粒子后，停止溅射，再抽真空至 4×10^{-4}Pa. 用刮料器取下超微粒子送至原位加压装置中在室温下加压至 1.5GPa 成形. 样品直径为 ϕ8mm. 溅射 20min 得圆片状样品重 137 mg，称重法测得样品比重为 7 g/cm³，约为常规金属钼的 69%. 样品平均粒度为 8nm，且较均匀，为体心立方结构. 当充入高纯氩气至 0.2 Pa，再充入高纯氮至 0.5 Pa，所得样品为面心立方的氮化二钼，平均粒为也为 8nm. 显微硬度测试结果为：纳米固体钼的 H_V = 824kg/mm²，为常规金属钼的 3 倍，而纳米固体氮化二钼的 H_V 为 1850 kg/mm². 结果表明，对于这种未烧结状态的纳米固体钼，在 8nm 的平均粒度时，趋势上显微硬度仍服从正常 Hall-Petch 关系.

采用这种方法，获得的纳米固体粒度比较均匀. 因为在靶表面，溅射或蒸发条件比较一致. 而在通入氮气后，靶表面被等离子体活化，溅射出来的物质表面也被活化，氮分子也被离化，所以只要条件合适，很易形成氮化物. 这就是我们制得粒度比较均匀的纳米固体钼和氮化二钼的原因.

朱　勇　秦　勇
(中国科学院固体物理研究所，合肥230031)

* 国家自然科学基金资助项目.

C_{60} 与卤代卡宾的气相离子-分子反应

足球状全碳烯 C_{60} 具有丰富的化学性质，可以做为活泼的自由基捕捉试剂[1]，在质谱常规化学电离源内气相 C_{60} 可与 CCl_4，$CHCl_3$，CH_2Cl_2 和 $CHBr_3$ 等产生的碎片发生化学反应，生成了 $[C_{60}CX_2]^+$ 等多种气相衍生物离子.

单独引入 CCl_4 的离子源内存在着 CCl_3^+(m/z117,100%)，CCl_2^+(m/z82,22%)，CCl^+(m/z47，24%) 和 Cl^+(m/z35，14%) 阳离子、多种阴离子及 CCl_3，CCl_2，Cl 等自