

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА МАСС-СПЕКТРОМЕТРИИ ВТОРИЧНЫХ ИОНОВ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ИОННО- ПЛАЗМЕННОЙ МОДИФИКАЦИИ МАГНИТОУПРАВЛЯЕМЫХ КОНТАКТОВ

И.А. Зельцер*, С.М. Карабанов, д.т.н. *,
О.М.Н.Д. Теодору, PhD**, А.Б. Толстогузов, к.ф.-м.н. **

* 390027, Россия, г. Рязань, ул. Новая, 51В, ОАО «РЗМКП»

** 2829-516 Caparica, Portugal, Centre for Physics and Technological Research (CeFITec)
Dep. de Física da Faculdade de Ciências e Tecnologia
Universidade Nova de Lisboa

Исследован элементный и химический состав приповерхностной области железно-никелевых контактов методом масс-спектрометрии вторичных ионов. Установлено, что интенсивность сигнала $^{56}\text{FeN}^+$ в области перекрытия контактов геркона примерно в 2 раза выше, чем в соседней с ней области. В обеих областях на поверхности наблюдается более интенсивный сигнал нитрида железа, чем в объеме, причем спад этого сигнала по мере распыления образца в области перекрытия был более длительный, чем в соседней области.

After ion-plasma modification carried out, the elemental and chemical compositions of the contact surfaces of permalloy reed switches were studied by time-of-flight secondary ion mass spectrometry. It was found that the intensity of $^{56}\text{FeN}^+$ secondary ions in the region of contact overlapping twice as much as compared with the neighboring region. In both regions the signal of iron nitride ions was bigger than in bulk of the contacts, and the decrease of this signal in the course of ion-beam sputtering (in-depth profiling) was more prolonged for the overlapping region.

Цель данной работы состояла в исследовании элементного и химического состава приповерхностной области ионно-азотированных железно-никелевых контактов методом масс-спектрометрии вторичных ионов (МСВИ).

Объектами исследований были опытные образцы герконов МКА-14108, конструктивно выполненные на базе серийных приборов МКА-14103 без нанесения золото-рутениеевых гальванопокрытий. Контактные поверхности опытных образцов в отличие от серийных приборов подвергались ионно-плазменной обработке (ИПО) в атмосфере чистого азота. Высоковольтные импульсные разряды инициировались на разомкнутых контактах герконов с раствором 20-30 мкм. Подробное описание процессов обработки и испытаний данного типа герконов приведено в работе [1].

Основные исследования проводились на модернизированной установке TOF-SIMS IX23LS (производство VG Ionex, Великобритания) (рис. 1).

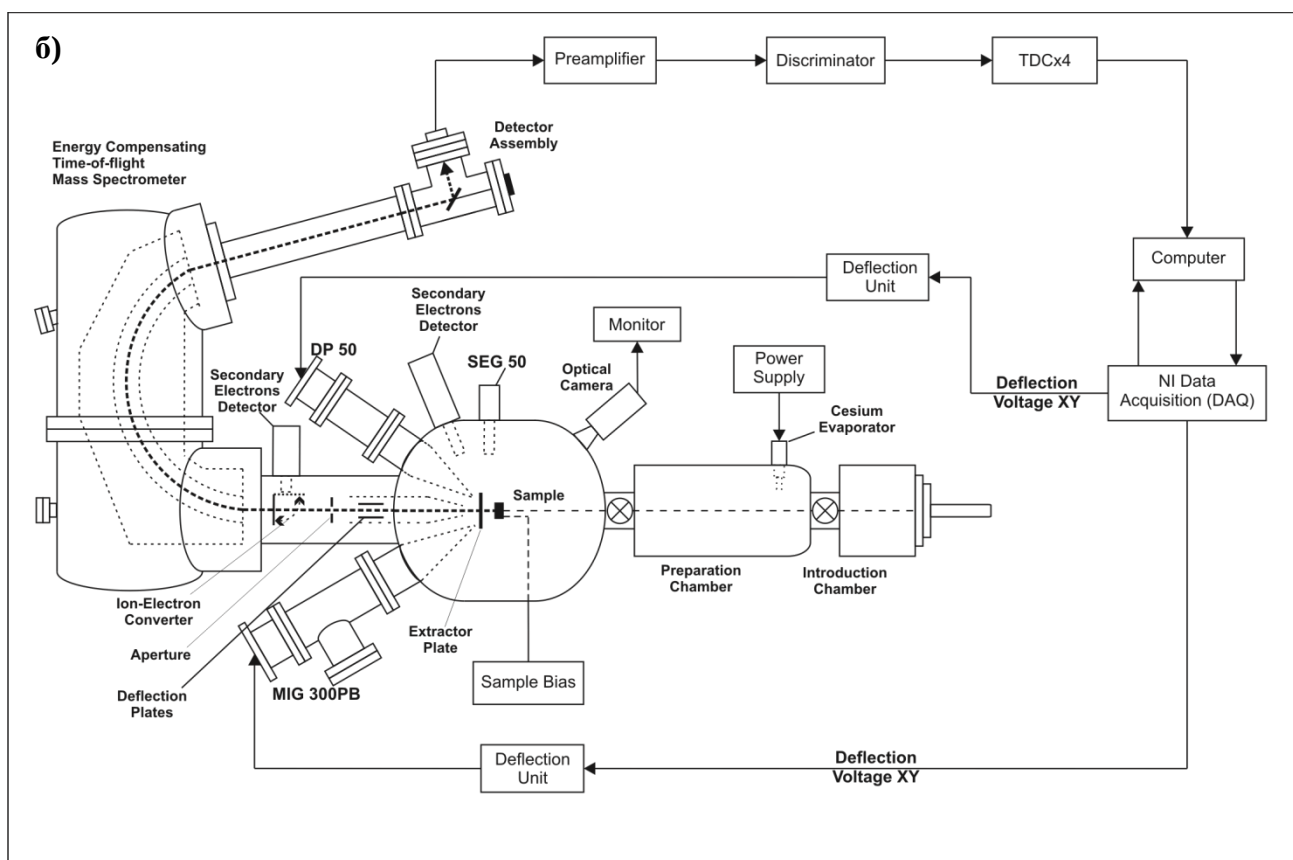
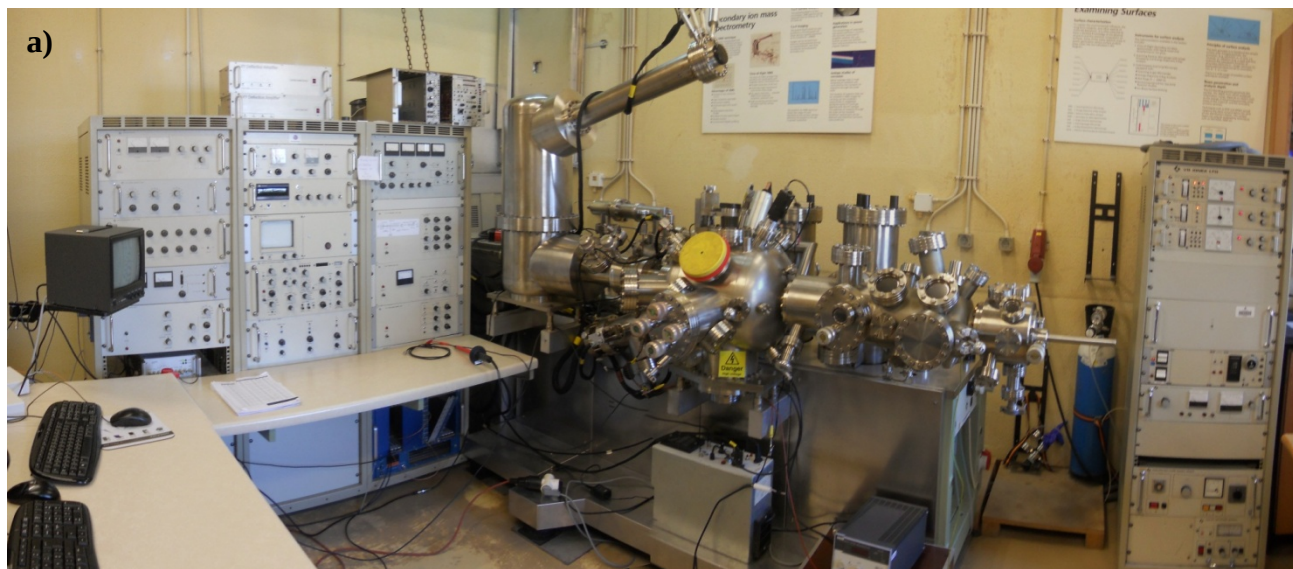


Рис. 1. Общий вид (а) и функциональная схема (б) установки TOF-SIMS IX23LS (производство VG Ionex, Великобритания)

В состав установки входят времяпролетный масс-анализатор с разрешающей способностью $m/\Delta m = 300$ и диапазоном анализируемых масс до $1000\ m/z$ и две ионные пушки – жидкометаллический источник и дуоплазматрон. Жидкометаллический источник ионов Ga^+ (энергия ионов 10-25 кэВ, диаметр пучка 0,2-0,5 мкм, ток на образце до 10 нА) используется в импульсном режиме с частотой импульсов до 20 кГц и длительностью 5-50 нс для получения аналитического сигнала вторичных ионов, а дуоплазматрон, генерирующий ионы O_2^+ с энергией 2-10 кэВ и плотностью тока до $5\ \text{mA}\cdot\text{cm}^{-2}$, служит для

последующего распыления поверхности исследуемых образцов. Система обработки данных и управления спектрометром разработана в CeFITec на базе LabView™ 8.0 под управлением Microsoft Windows 7 Professional. Вакуум в процессе измерений был не хуже 10^{-7} Па. Детальное описание установки и режимов ее работы дано в работах [2, 3].

После проведения ИПО на поверхности контакт-деталей можно выделить 3 области с различной топографией [1]: рабочую область, где происходит перекрытие контакт-деталей и где загорается разряд (область 1), область 2, примыкающую к области 1, и, наконец, наиболее удаленную область 3 (рис. 2).

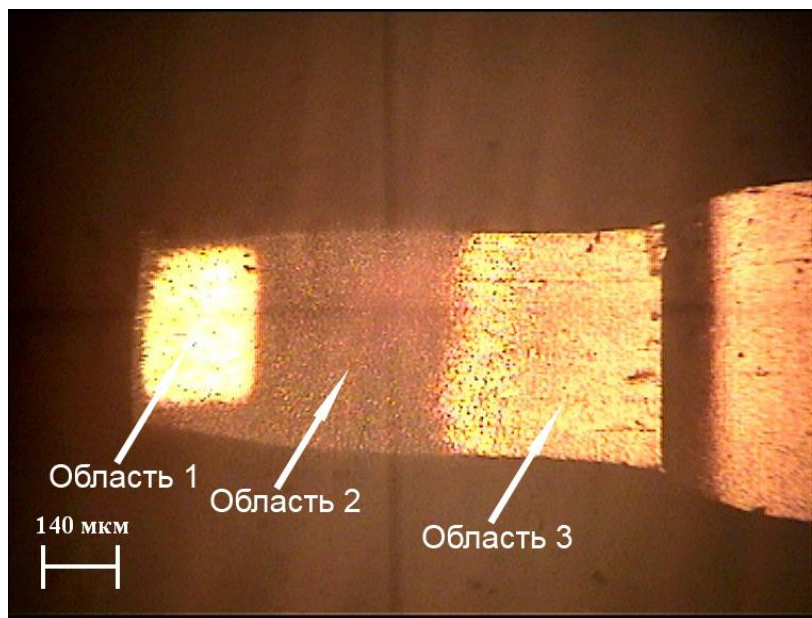


Рис. 2. Поверхность контакт-детали геркона МКА-14108 после ионно-плазменной обработки

Согласно результатам исследований методами Оже-электронной и рентгеновской фотоэлектронной спектроскопии, опубликованным в данном сборнике, в области 1 и частично в области 2 за счет процессов реактивного катодного распыления и диффузии происходит образование нитридных соединений железа и никеля.

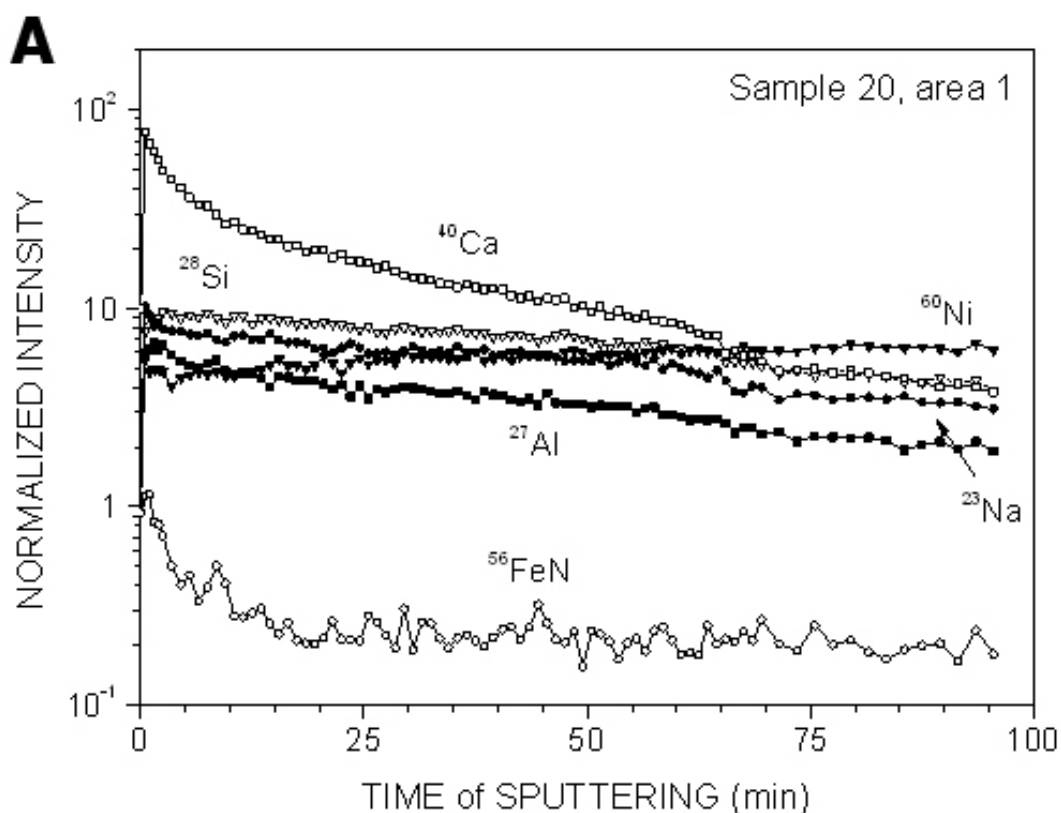
На рис. 3 а, б приведены результаты послойного анализа образца № 20 методом МСВИ. Образец прошел 30-кратную ионно-плазменную обработку, его электрическое сопротивление составляло 0,075 Ом, а напряжение пробоя 220 В.

Интенсивности сигналов всех масс-пиков положительных вторичных ионов, представленных на рис. 3, были нормированы на интенсивность пика основного изотопа железа $^{56}\text{Fe}^+$. Кальций, кремний, алюминий и натрий являются загрязнениями, попавшими на поверхность геркона в процессе заварки и последующей ионно-плазменной обработки. Кластерный ион $^{56}\text{FeN}^+$ характеризует наличие азотных соединений железа, а никель является одним из основных компонентов пермаллоя, из которого изготовлена контакт-деталь. Надо отметить, что интенсивность сигнала вторичных ионов определяется не только концентрацией элемента, но в первую очередь эффективностью ионного выхода, которая может различаться для разных элементов на несколько порядков в зависимости от потенциала ионизации, энергии электронного сродства и некоторых других физико-химических характеристик элементов. В связи с этим точный количественный МСВИ-анализ требует предварительной калибровки по образцам с известной концентрацией. Кроме того, при бомбардировке первичными ионами галлия ионный выход азота и азотсодержащих соединений очень мал. Мы рассчитываем улучшить чувствительность к этим соединениям,

используя первичные ионы Cs^+ и Bi_n^+ . Такие исследования будут сделаны в ближайшее время в Н.-Новгороде на установке TOF.SIMS-V фирмы IONTOF, Германия.

Интенсивность сигнала $^{56}\text{FeN}^+$ в области 1 (рис. 3, *a*) примерно в 2 раза выше, чем в области 2 (рис. 3, *b*), что указывает на более высокий уровень азотирования рабочей области. В обеих областях на поверхности наблюдается более интенсивный сигнал нитрида железа, чем в объеме, причем спад этого сигнала по мере распыления образца в области 1 более длительный, чем в области 2. Пересчет времени распыления в глубину распыления затруднен из-за значительной исходной шероховатости поверхности образца.

Несколько неожиданными оказались профили послойного распределения всех примесей в области 2. Можно предположить, что поверхность контактов неоднородна как по составу, так и по топографии. В области 1 в зоне анализа могло оказаться микровключение со значительным содержанием кальция, в то время как в области 2 загрязнения были распределены более равномерно и по поверхности, и в объеме приповерхностной области, поэтому они были эффективно удалены в процессе ионного распыления.



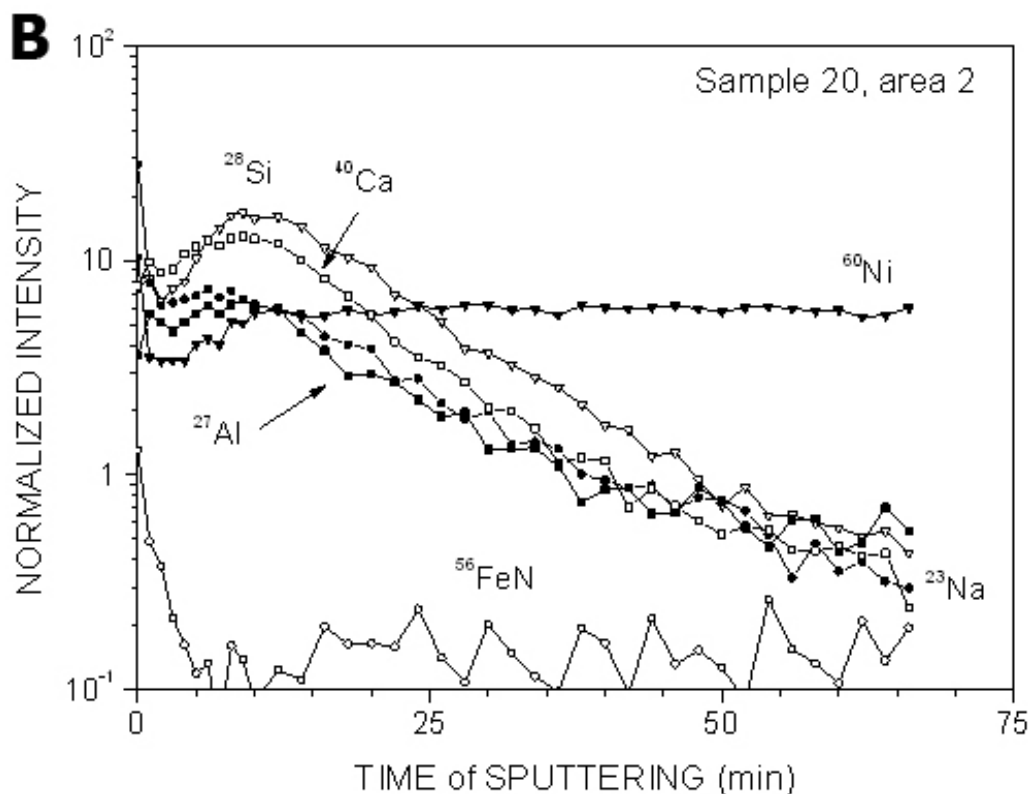


Рис. 3. Послойный анализ геркона МКА-14108 (образец № 20) после ионно-плазменной обработки методом масс-спектрометрии вторичных ионов

Экспериментальные данные: аналитические ионы – Ga^+ , энергия 9 кэВ, частота импульсов 6 кГц, длительность 40 нс, растр $125 \times 100 \text{ мкм}^2$, время измерений на каждую точку 2 мин.; распыление – ионы O_2^+ , энергия 8 кэВ, ток 100 нА, растр $250 \times 250 \text{ мкм}^2$. Интенсивности всех пиков вторичных ионов были интегрированы в пределах $\pm 0,5$ а.е.м., затем нормированы на интенсивность пика $^{56}\text{Fe}^+$ и умножены на 100.

Таким образом, методом масс-спектрометрии вторичных ионов установлено, что в результате ИПО на поверхности железоникелевых контактов формируется нитридная фаза железа. Интенсивность сигнала $^{56}\text{FeN}^+$ в области 1 примерно в 2 раза выше, чем в области 2, что указывает на более высокий уровень азотирования области перекрытия контактов.

Литература

1. Karabanov S.M., Zeltser I.A., Maizels R.M., Moos E.N. Arushanov K.A. J. Physics: Conference Series, 2011. V. 291, N 01 2020. pp. 1-17.
2. Ghumman C.A.A., Carreira O.M.T., Moutinho A.M.C., Tolstogouзов A., Vassilenko V., Teodoro O.M.N.D. Rapid Comm. Mass Spectrometry, 2010. V. 24. pp. 185-90.
3. Ghumman C.A.A., Moutinho A.M.C., Santos A., Teodoro O.M.N.D., Tolstogouзов A., Appl. Surf. Sci., 2011, doi: 10.1016/j.apsusc.2011.10.079 (accepted for publication).