ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ЭЛЕКТРОННОЙ ОЖЕ-СПЕКТРОСКОПИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ПЛАЗМЕННОЙ МОДИФИКАЦИИ МАГНИТОУПРАВЛЯЕМЫХ КОНТАКТОВ

А.К. Арушанов*, И.А. Зельцер*, А.А. Кузнецов, к.ф.-м.н.**, Е.Я. Черняк, к.ф.-м.н.** * 390027, Россия, г. Рязань, ул. Новая, 51В, ОАО «РЗМКП» ** 390023, Россия, г. Рязань, проезд Яблочкова, 5, корп. 19, ООО «Шибболет»

Методом электронной оже-спектроскопии установлено, что в результате ионноплазменной обработки на поверхности железоникелевых контактов формируется нитридная фаза типа Fe_{3.3}N, которую сменяет слой, состоящий из нитридной фазы Fe_{2.6}N.

It has been found by the method of Auger-electron spectroscopy that as a result of ion-plasma treatment, on the surface of iron-nickel contacts, the nitride phase Fe3.3N is formed, which is replaced by a layer consisting of nitride phase Fe2.6N.

1. Введение

Освоение в последние десятилетия разнородных по физической природе сканирующих зондовых методов, дающих информацию об атомном рельефе поверхностных слоев твердого тела, типа СТМ и АСМ, а также элементно- и структурночувствительных методов на основе рентгеновских, электронных и ионных микропучков, ставшими в XX столетии традиционными, представляет новые возможности исследования сложных гетерогенных поверхностей. Проблема изменения состояния атомов поверхности твердого тела при ионной бомбардировке общеизвестна и остается в поле зрения исследователей ввиду своей научной и практической значимости. В частности, это важно при изучении поверхностей герметичных контактов (герконов) после воздействия плазмы газового разряда в среде азота. В данной работе обследовались контактные поверхности (железоникелевые) и результаты протекания процессов их ионно-плазменной модификации. С этой целью был применен метод электронной оже-спектроскопии (ЭОС).

2. Образцы и методы

В качестве объектов исследования были выбраны опытные образцы герконов МКА-14108, конструктивно выполненные на базе серийных приборов МКА-14103. Основная отличительная особенность этих герконов по сравнению с серийными приборами заключалась в отсутствии каких-либо специальных покрытий на пермаллоевых контактах. Контактные пружины штамповались из пермаллоевой проволоки, а затем обезжиривались и отжигались в атмосфере водорода. В качестве газового наполнения при герметизации использовался спектрально чистый (99,999 %) азот.

Обработка контактных поверхностей герконов проводилась высоковольтными импульсными разрядами на специальном оборудовании. Коммутационные испытания проводились на холостом ходу (без нагрузки). Подробное описание процессов обработки и испытаний данного типа герконов приведено в работе [1].

Анализ элементного состава поверхности контактов (до и после обработки, коммутации) осуществлялся на электронном оже-спектрометре. Прибор [2] оснащен анализатором энергий электронов типа цилиндрического зеркала (с разрешением 0,25 %) со встроенной электронной пушкой, имеющей ток пучка до 1 мкА при диаметре пучка 100 мкм. Для очистки поверхности контакт-деталей герконов и их послойного оже-анализа применялась ионная пушка с дифференциальной откачкой рабочего газа (Ar) и плотностью ионного тока до 3,5 мA/см². Все измерения проводились в вакууме 2×10⁻⁷ Па для устранения

эффектов электронно-стимулированной адсорбции молекул остаточных газов на исследуемых поверхностях.

3. Результаты и их обсуждения

Результаты обработки ЭОС-спектров контактных поверхностей и измерений сопротивления и напряжения пробоя экспериментальных образцов герконов представлены в табл. 1.

Таблица 1

Режимы ИПО и коммутации, сопротивление герконов R, напряжение пробоя U, элементный и химический состав исходных контактных поверхностей

N⁰	Технология	Режим	Режим	R,	U,	Элементный	Химический
образца	изготовления	ИПО	коммутации	Ом	В	состав	состав
1.6	Штамповка контакт-деталей, обезжиривание, отжиг, заварка, ИПО	200 В - 30 с -50 раз	10 ⁷ срабатываний	0,09	240	Fe, Ni, C, O, N	Fe _{3,3} N, SiO ₂ (вне зоны ИПО)
57	Штамповка контакт-деталей, обезжиривание, отжиг, декапирование, заварка, ИПО	200 B - 30 c - 100 pa3	Без коммутации	0,1	200	Fe, Ni, C, O, N	Fe _{3,3} N, SiO ₂ (вне зоны ИПО)
14	Штамповка контакт-деталей, обезжиривание, отжиг, заварка, ИПО	200 B - 30 c - 100 pa3	Без коммутации	0,1	200	Fe, Ni, C, O, N	Fe _{3,3} N, SiO ₂ (вне зоны ИПО)
1.1	Штамповка контакт-деталей, обезжиривание, отжиг, заварка, ИПО	Без ИПО	Без коммутации	0,2	290	Fe, Ni, C S, Cl, O, N	Окислы железа и никеля, SiO ₂

На герконе № 1.1 во всех проанализированных точках (8-10 точек) области перекрытия контакт-деталей обнаружены нанокапли SiO₂ (рис. 1, показаны только 3 точки). Не зарегистрирована форма оже-линии азота, характерная для нитридов.



Рис. 1. ЭОС-спектры исходной поверхности образца № 1.1: а – точка 1, b – точка 2, с – точка 3. $I = \frac{EdN}{dE}$, где N – количество электронов с энергией Е

На всех герконах (\mathbb{N} 14, 1.6 и 57), прошедших 50-, 100-кратную ИПО (длительность одной обработки - 30 с), ни в одной из точек анализа (3-5 точек на каждой контакт-детали в зоне ИПО) не обнаружено сколько-нибудь значительной концентрации нанокапель стекла, (рис. 2, *b-d*). Однако вне зоны ИПО нанокапли стекла присутствуют на всех 3-х образцах, рис. 2, *a*).

Кроме того, форма оже-линии азота сразу же показывает присутствие нитридов.



Рис. 2. ЭОС-спектры исходных поверхностей образцов: а – геркон № 1.6, 2 мм от рабочей области; b – геркон № 1.6, центр рабочей области; с – геркон № 14, центр рабочей области; d – геркон № 57, центр рабочей области

Концентрация элементов El (C, N, O, Fe) на исходных (до послойного травления) поверхностях контакт-деталей герконов № 1.6, 14, 57, 14 представлена на рис. 3.



Рис. 3. Концентрация С элементов El на исходных поверхностях герконов № 1.6, 4 (точка 1), 57, 14 (точка 2)

Послойный оже-анализ был проведен для герконов № 14 и 57 на расчетную глубину 1,37 и 0,84 мкм, соответственно. Количественный анализ для обоих образцов показал диапазон изменения химической формулы нитрида железа от Fe_{3,3}N (вблизи поверхности) до Fe_{2,6}N (на предельной глубине анализа). При этом полагалось, что весь азот образует химические соединения только с железом. По всей глубине анализа не обнаружено образования карбидов, поскольку форма оже-линии углерода соответствует только графиту, рис. 4.



Рис. 4. ЭОС-спектры герконов после послойного травления: а – геркон № 14, b – геркон № 57

Для геркона № 57 обнаружено содержание серы в несколько десятых ат. %, и эта примесь является объемной.



Рис. 5. Оже-профиль распределения концентраций элементов в приповерхностной области зоны ИПО герконов № 57 (а) и № 14 (b): 1 – Ni , 2 – Fe, 3 – O, 4 – N , 5 – C. С – концентрация элементов, d – глубина травления

4. Заключение

Таким образом, методом оже-электронной спектроскопии установлено, что в результате ИПО на поверхности железоникелевых контактов формируется нитридная фаза типа $Fe_{3.3}N$, которую сменяет слой, состоящий из нитридной фазы $Fe_{2.6}N$.

В зависимости от длительности ионного азотирования толщины нитридных слоев изменяются в пределах от нескольких десятков [1] до нескольких тысяч нанометров.

Кроме этого, как показали исследования, нанокапли стекла, образующиеся при заварке, удаляются в результате катодного распыления при ИПО. Это положительно сказывается на работоспособности геркона, так как наличие диэлектрических частиц в зоне контактирования может привести к незамыканию контактов или росту сопротивления геркона.

Литература

- 1. Karabanov S.M., Zeltser I.A., Maizels R.M., Moos E.N., Arushanov K.A. Journal of Physics: Conference Series, 2011. V. 291. No. 01 2020. pp. 1 17.
- 2. Kuznetsov A.A., Abramova S.Yu., Potapova T.E., Protopopov O.D. Journ. of Electron Spectr. and Rel. Phenom., 1994, V. 68, pp. 407-412.