

# ИССЛЕДОВАНИЕ ПЛАЗМЕННОЙ МОДИФИКАЦИИ ПОВЕРХНОСТИ МАГНИТОУПРАВЛЯЕМЫХ КОНТАКТОВ МЕТОДАМИ АТОМНО-СИЛОВОЙ И ОПТИЧЕСКОЙ МИКРОСКОПИИ

---

*А.П. Авачев, к.ф.-м.н.\*, К.А. Арушанов\*, И.А. Зельцер\*\*,  
С.М. Карабанов, д.т.н.\*\*, В.А. Конобеев\*\**

*\* 390005, Россия, г. Рязань, ул. Гагарина, 59/1*

*ФГБОУ ВПО «Рязанский государственный радиотехнический университет»*

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

*Методами атомно-силовой и оптической микроскопии изучены железоникелевые контактные поверхности герконов после ионно-индуцированной модификации. Изображения наноструктурных контактных выступов, полученные с помощью атомно-силового микроскопа, свидетельствуют о формировании поверхностной наноструктуры.*

*By the methods of atomic-force and optical microscopy, iron-nickel contact surfaces of reed switches after ion-induced modification have been studied. The images of nano-structured contact asperities made by means of atomic-force microscope indicate a formation of the surface nano-structure.*

## 1. Введение

Метод атомно-силовой микроскопии неоднократно применялся для исследования процессов деградации и ионно-индуцированной модификации контактных поверхностей герконов [1-5]. Особенно его применение эффективно в сочетании с методами диагностики элементного и химического состава поверхности. Например, с методом электронной оже-спектроскопии. Это подтверждают результаты работ [2, 3, 5], в которых осуществлялась комплексная диагностика поверхности с применением этих методов.

Целью данной работы является исследование процессов ионно-плазменной обработки (ИПО) и коммутации железоникелевых магнитоуправляемых контактов методами атомно-силовой и оптической микроскопии.

## 2. Материалы и методы

Объектами исследования являлись герконы МКА-14108, конструктивно выполненные на базе серийных приборов МКА-14103 [6] по технологии [2].

В отличие от традиционной технологии ионного азотирования [7, 8], насыщение приповерхностных слоев контакт-деталей герконов азотом проводится не в азотосодержащем вакууме ( $p=150-1000$  Па, в составе остаточных газов преобладает азот), а при относительно высоком давлении ( $p=33 \cdot 10^3 - 40 \cdot 10^3$  Па) азота, в котором возбуждаются с помощью специального генератора импульсные разряды. При этом не требуется применения специального вакуумного оборудования для ионного азотирования [7, 8]. Процесс азотирования происходит непосредственно в самом герконе. Стеклобаллон выполняет функцию рабочей камеры установки азотирования, а контакт-детали попеременно служат анодом и катодом.

Испытания на безотказность герконов проводились с помощью специализированного оборудования и методик, представленных в [6].

Для оптических исследований рабочих поверхностей контакт-деталей герконов использовался металлографический микроскоп MMP-4 с компьютерной системой визуализации изображений.

Анализ топографии и локальных распределений электростатического потенциала поверхности контактов (до и после их обработки, коммутации) осуществлялся на воздухе с помощью атомно-силового микроскопа (зондовой нанолaborатории (ЗНЛ) NTEGRA производства компании NT-MDT, Зеленоград, Москва, Россия).

Применялись Si-кантилеверы марки NSG10/W<sub>2</sub>C, с твердым токопроводящим покрытием W<sub>2</sub>C толщиной 30 нм, с работой выхода  $e\phi_p = 4,902$  эВ.

В режиме метода зонда Кельвина измерялась контактная разность потенциалов  $\Delta\phi(x, y)$  между потенциалом острия иглы измерительного зонда и потенциалом  $\phi_m$  поверхности металла (образца):

$$\Delta\phi = \phi_p - \phi_m. \quad (1)$$

Из (1) видно, что метод зонда Кельвина позволяет определить работу выхода, которую согласно современным представлениям [9] можно записать как сумму внутренней  $e\phi_{вн}$  и наружной  $e\phi_{нар}$  работ выхода:

$$e\phi_m = e\phi_{вн} + e\phi_{нар}. \quad (2)$$

В результате просачивания электронного облака изнутри металла наружу на границе образуется двойной дипольный слой с отрицательным зарядом снаружи. Чтобы преодолеть этот слой толщиной  $d$ , необходимо выполнить работу  $e\phi_{нар}$  против электростатического поля  $E$  конденсатора. Тогда работу  $e\phi_{нар}$  можно записать через эффективную плотность заряда конденсатора  $\sigma$  или дипольный момент единицы поверхности металла  $P$  в направлении нормали к поверхности [9]:

$$e\phi_{нар} = eEd = 4\pi e\sigma d = 4\pi eP \quad (3)$$

Из (3) видно, что разным растеканием электронного облака легко объясняются различные значения контактной разности потенциалов  $\Delta\phi(x, y)$ , получаемые методом Кельвина. Степень растекания зависит от рельефа и состава исследуемой поверхности, а также от типа грани, выходящей на границу металла [9]. На значение работы выхода (на растекание электронного облака), измеряемое на воздухе, существенное влияние оказывают процессы адсорбции. Поэтому данные, полученные на воздухе, могут отличаться от результатов измерения работы выхода в условиях вакуума.

### 3. Результаты и их обсуждение

#### 3.1. Нанорельеф с выступами повышенной проводимости

На рис. 1 приведены АСМ-изображения азотированной поверхности контакт-детали (к/д) геркона, на которых проявляется наличие межзеренных границ и нанорельефа. Хорошо видно чередование темных и светлых округлой формы наноразмерных областей, что говорит об изменении высоты поверхностного рельефа. Дополнительную и более точную

информацию о полученном рельефе дают профиль АСМ-изображения и статистический анализ распределения высот, приведенные на рис. 2 и 3, соответственно.

Статистический анализ показал, что средняя высота выступов равняется 50 нм. Латеральные размеры выступов у основания составили 70-100 нм, а ширина выступа на половине высоты – приблизительно 70 нм.

Впервые получены изображения контактной поверхности геркона после ионно-плазменной обработки в режиме отображения сопротивления растекания (рис. 4), напрямую свидетельствующие о наличии особых проводящих свойств нановыступов.

До наших работ сообщений об образовании, в результате азотирования, таких наноструктур на поверхности пермаллоя не было известно.

Контактирование в герконах всегда происходит в отдельных точках на некоторых участках, поскольку невозможно изготовить и сформировать конструкцию так, чтобы контактирование осуществлялось по всей поверхности. Фактически контактирующие точки имеются в ограниченном количестве, и их положение в процессе работы геркона меняется. При попадании посторонних диэлектрических частиц в область контакта между двумя контактирующими плоскостями переходное сопротивление геркона увеличивается, так как сразу же между контактирующими плоскостями образуется некоторый зазор, и количество контактирующих точек может значительно уменьшиться.

Применение нами специальной технологии азотирования создает необходимые свойства контактирующих поверхностей геркона, повышает стабильность его работы в разных режимах в течение длительного времени, упрощает технологию создания контактов, нивелирует влияния посторонних частиц на свойства контакта и исключает применение относительно «грязных», трудоемких и сложных при эксплуатации гальванических технологий осаждения покрытий из драгметаллов. Гальванотехнология является одним из основных источников попадания посторонних частиц в геркон, приводящих к отказам приборов в процессе их эксплуатации. Новая технология, исключая применение гальваники, существенно повышает надежность работы герконов. Уровень отказов (количество отказавших герконов при тестировании 1 млн шт.) при применении новой технологии понижается с 200 до 50 ppm и меньше.

Поверхностная наноструктура (нанорельеф с выступами повышенной проводимости) обеспечивает реализацию принципа надежности – многоуровневой эшелонированной защиты контактной поверхности от эрозионных, коррозионных и механических разрушений, увеличивает количество точек контактирования, повышает помехозащищенность от посторонних частиц, и, в конечном итоге, кардинально решает проблему качества герконов, существенно уменьшая количество отказов в процессе эксплуатации.

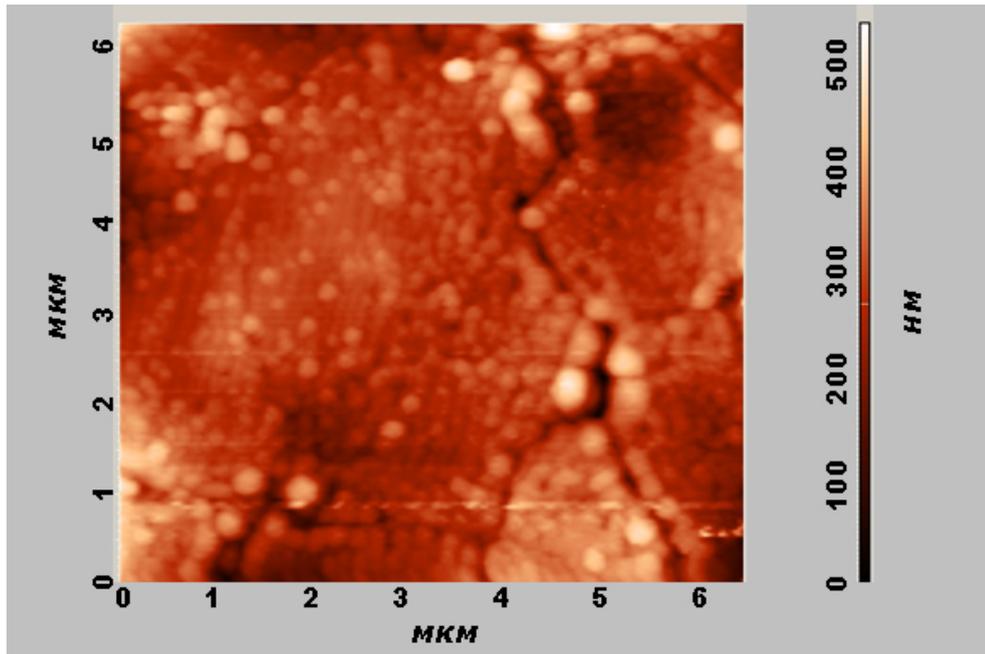


Рис. 1. АСМ-изображение азотированной в разряде поверхности контакт-детали геркона, размер поля 7х6 мкм

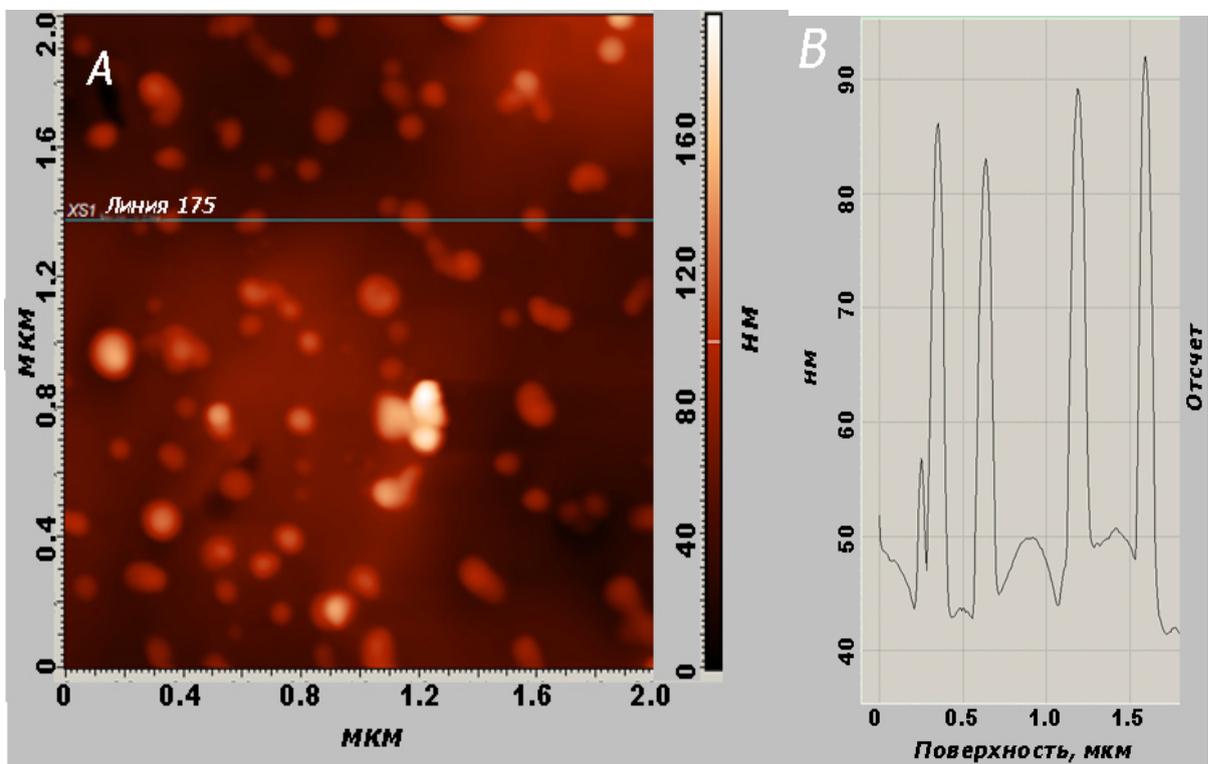


Рис. 2. (А) АСМ-изображения азотированной в разряде поверхности контакт-детали, размер поля 2х2 мкм; (В) профиль АСМ-изображения по X-координате вдоль сплошной линии 175

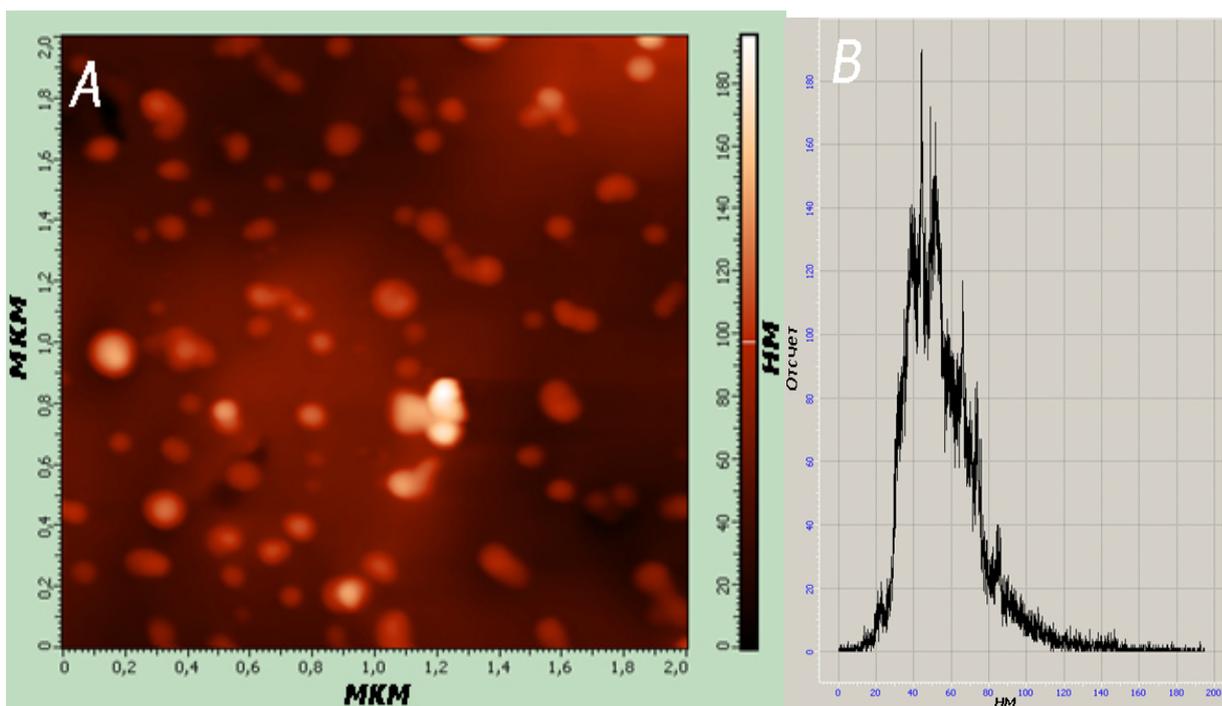
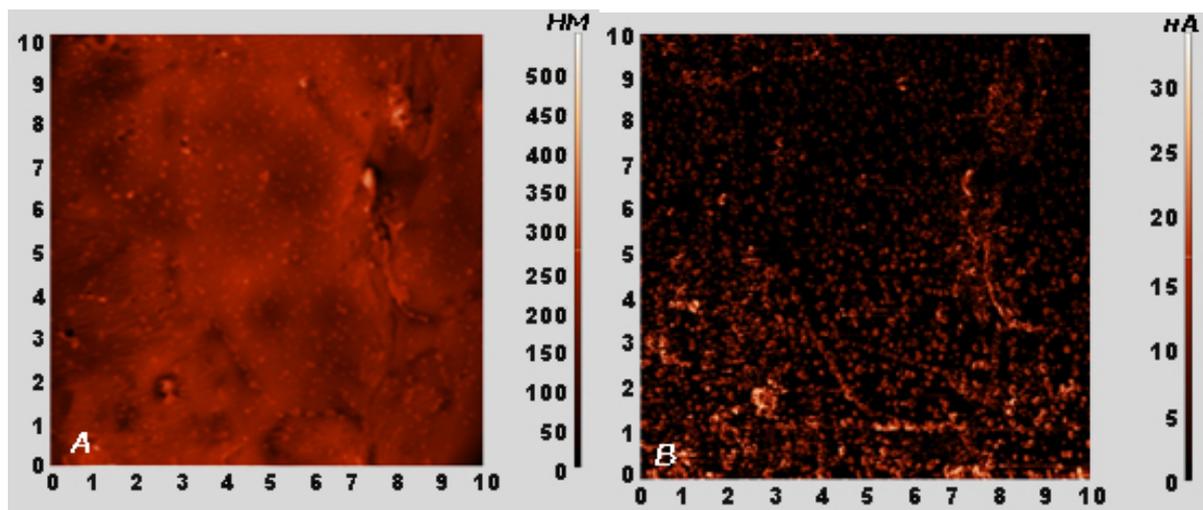


Рис. 3. (А) АСМ-изображение азотированной в разряде поверхности контакт-детали геркона, размер поля 2x2 мкм; (В) статистическое распределение высоты рельефа на участке поверхности контакт-детали геркона



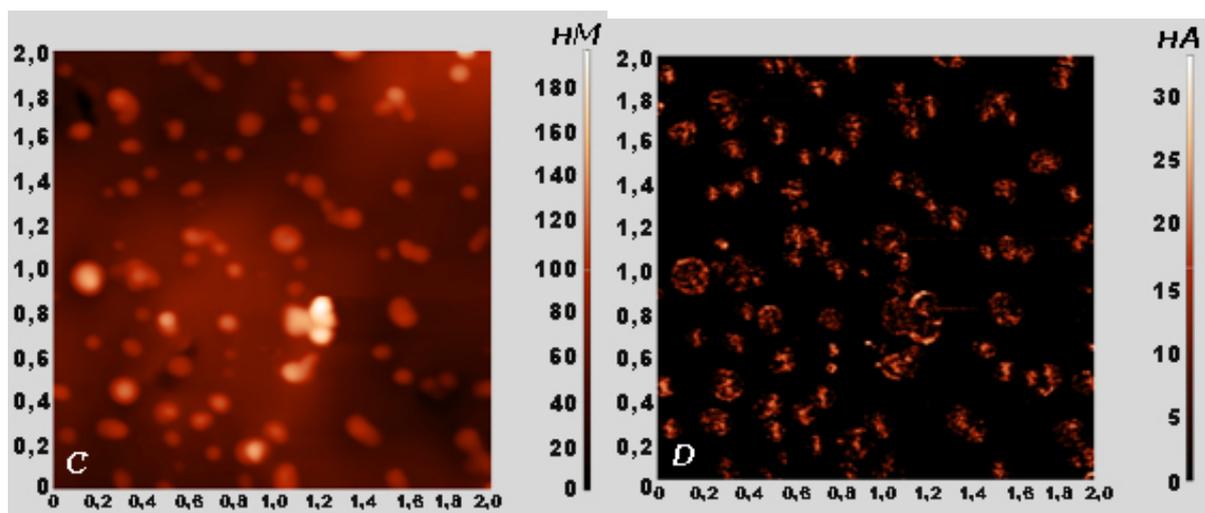


Рис. 4. АСМ-изображение участка азотированной поверхности контакт-детали геркона: (А), (В) метод постоянной действующей силы; (С), (D) метод отображения сопротивления растекания

В ряде работ, посвященных исследованию результатов энергетического воздействия на поверхность конденсированных сред, а именно, лазерного излучения, ионных потоков, градиентных полей [10, 11], показано возникновение дефектно-деформационной неустойчивости. Это обуславливает реализацию критических условий для проявления синергетического эффекта, приводящего, в том числе, к развитию поверхностных структур рельефа. В частности, в нашем случае сочетание температуры поверхности пермаллоя, полевых и температурных градиентов, направленных энергетических корпускулярных потоков, интенсивности и продолжительности облучения ионами азота формируют в результате атомной синергетической самосборки рельеф поверхности в виде системы наноструктурированных выступов.

### 3.2. Поверхностные поры и конусы

Воздействие на поверхность ионно-плазменных потоков изменяет энергетическое ее состояние, что обнаруживается в эволюции рельефа, например, в неоднородном травлении и выявлении поликристаллической структуры твердого тела. Кроме того, изменения рельефа выявляют ионно-индуцированные напряжения, процессы рекристаллизации, изменения состава приповерхностных слоев и изменение дислокационной подвижности.

Ионно-плазменные потоки инициируют формирование поверхностных напряжений, активацию диффузии, изменение дислокационной структуры, фазового состояния. Развитие этих процессов само по себе приводит, как правило, к модификациям рельефа. Необходимо принять также в расчет результат взаимодействия всех указанных выше процессов формирующегося рельефа с процессами распыления, ионно-стимулированной сегрегации, десорбции и т.п.

На рис. 5 видно, как выглядит поверхность контакт-детали геркона после проведения стократной ИПО.

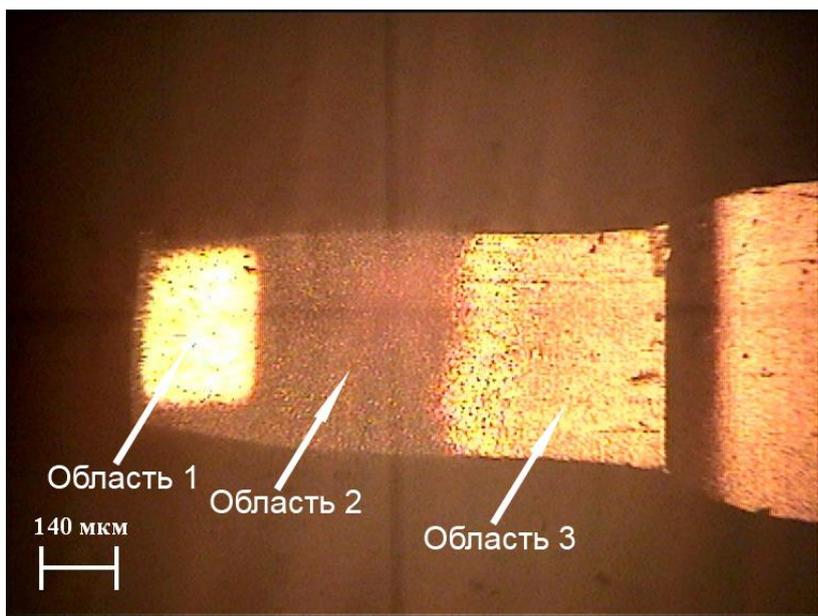
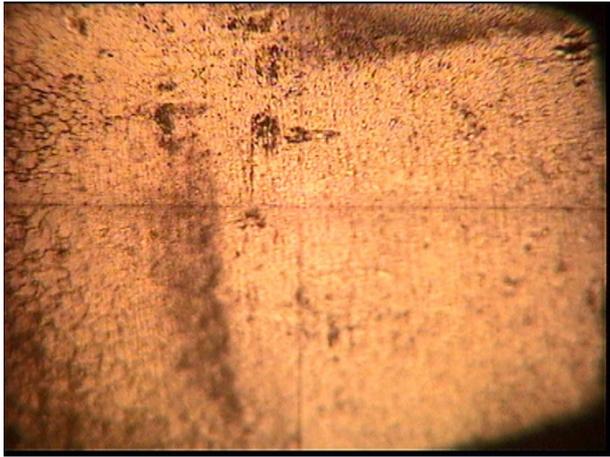


Рис. 5. Изображение поверхности контакт-детали геркона после стократной ИПО

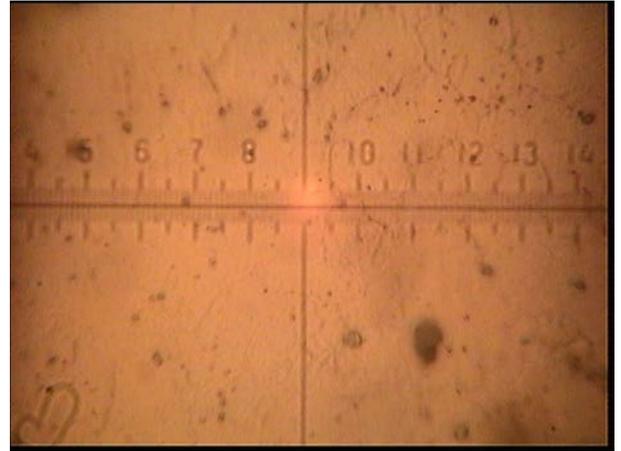
Область 1 (рис. 5, 6, 7) – это рабочая область (область перекрытия контакт-деталей), где собственно и зажигается газовый разряд при подаче напряжения на разомкнутые контакты геркона. В результате реактивного катодного распыления в газовой фазе области перекрытия образуются нитриды ( $\text{FeN}$  и  $\text{NiN}$ ), часть которых осаждается на поверхность контактов в области 1, где под действием ионной бомбардировки и происходит азотирование поверхности по механизму Кельбеля [7].

Часть молекул  $\text{FeN}$  и  $\text{NiN}$ , в результате диффузии, будет осаждаться на поверхности контактов, в соседней с областью 1 области 2 и 3 (рис. 5). Нагрев поверхности области 1 происходит в результате ионной бомбардировки, а областей 2 и 3 – в результате теплообмена с областями 1 и 2, соответственно. Поэтому, из-за слабого нагрева, диссоциация молекул  $\text{FeN}$  и  $\text{NiN}$ , а, следовательно, и ионное азотирование поверхностей областей 2 и 3 маловероятны. На поверхности контакт-деталей в области 2 (рис. 5) и на внутренней поверхности стеклобаллона, расположенной вблизи области перекрытия, продукты реактивного катодного распыления образуют покрытие черного цвета.

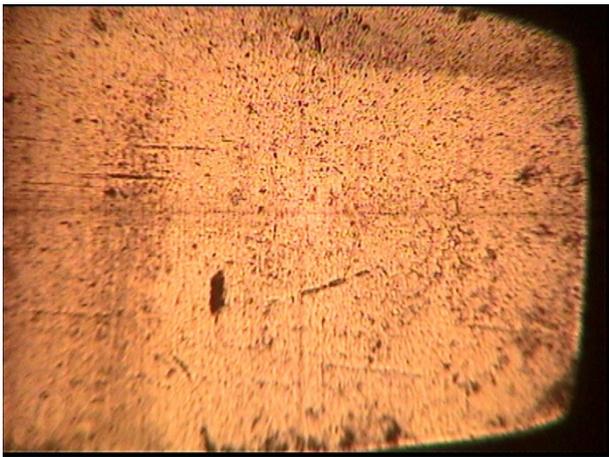
Если судить только по изображениям контактных поверхностей после 50-, 100-кратной ИПО, полученным с помощью оптического микроскопа (рис. 5-6), то контактная поверхность кажется гладкой. Однако совершенно иную картину можно наблюдать с помощью АСМ.



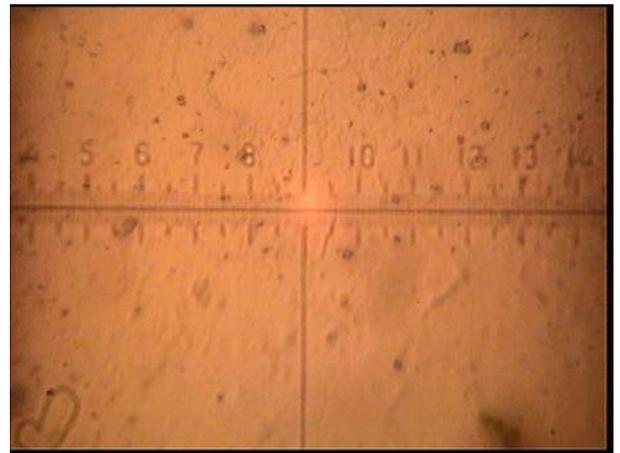
**A**



**B**



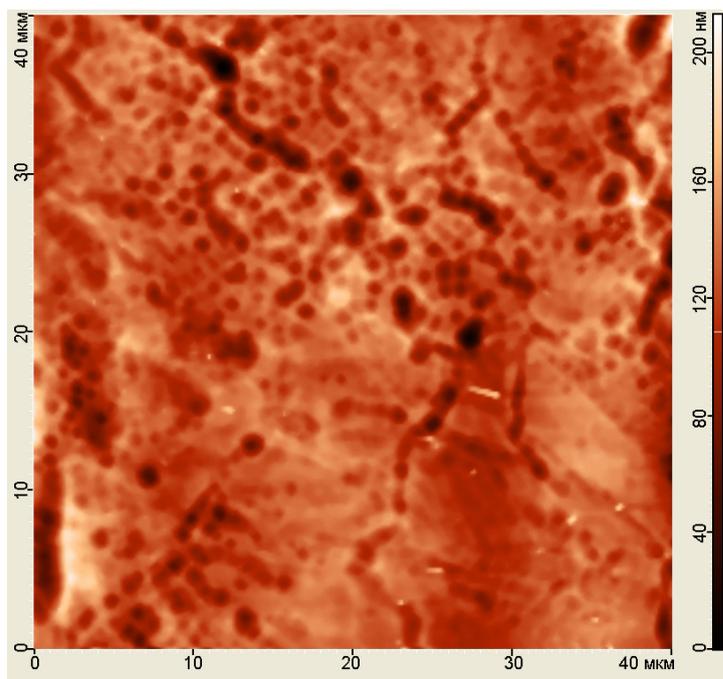
**C**



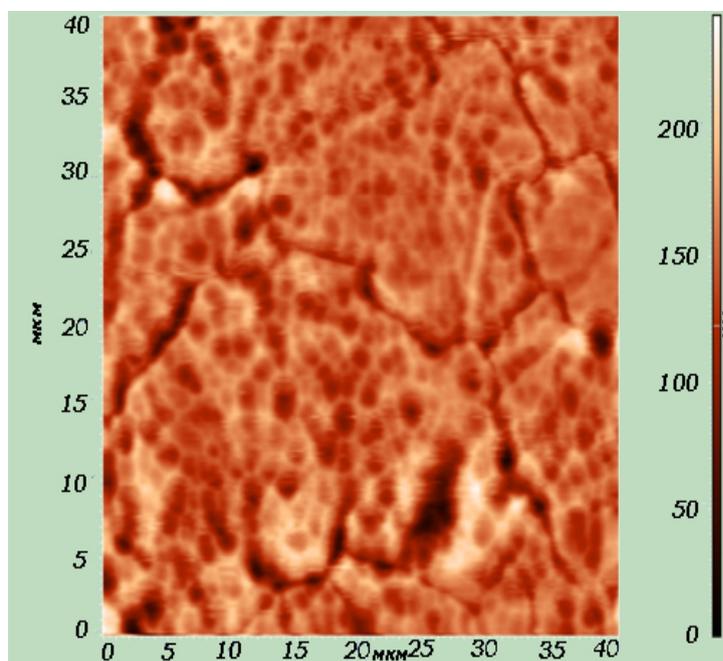
**D**

Рис. 6. Изображение поверхности контакт-детали после 50-кратной (А - увеличение 160, В - увеличение 1000) и 100-кратной (С - увеличение 160, D - увеличение 1000) ионно-плазменных обработок и коммутации до  $10^6$  на холостом ходу

В результате ионной бомбардировки в области 1 на поверхности контакт-деталей образуются поверхностные поры (рис. 7 *a,b*, 8 *a,b*). Концентрация их, как видно из рис.7 *a,b*, возрастает с увеличением длительности ИПО.



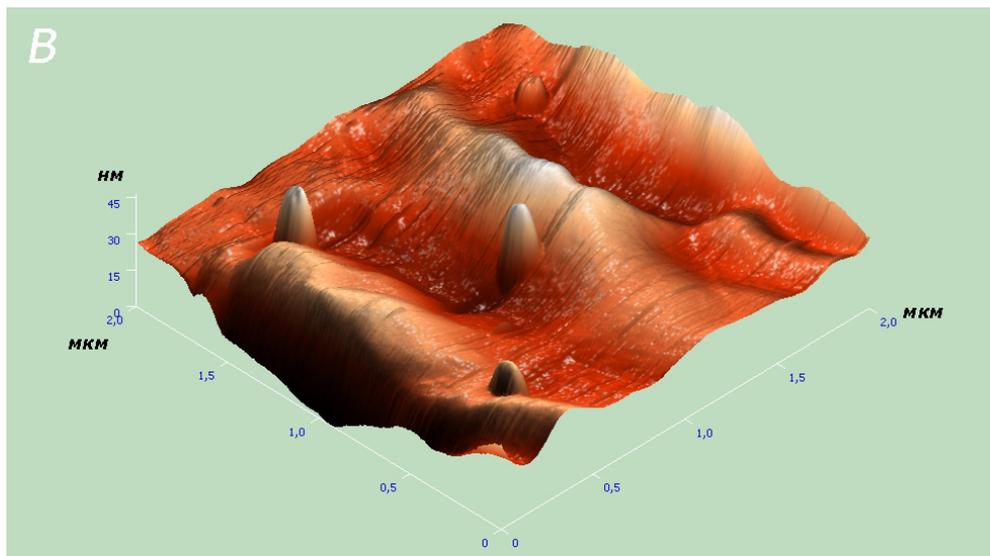
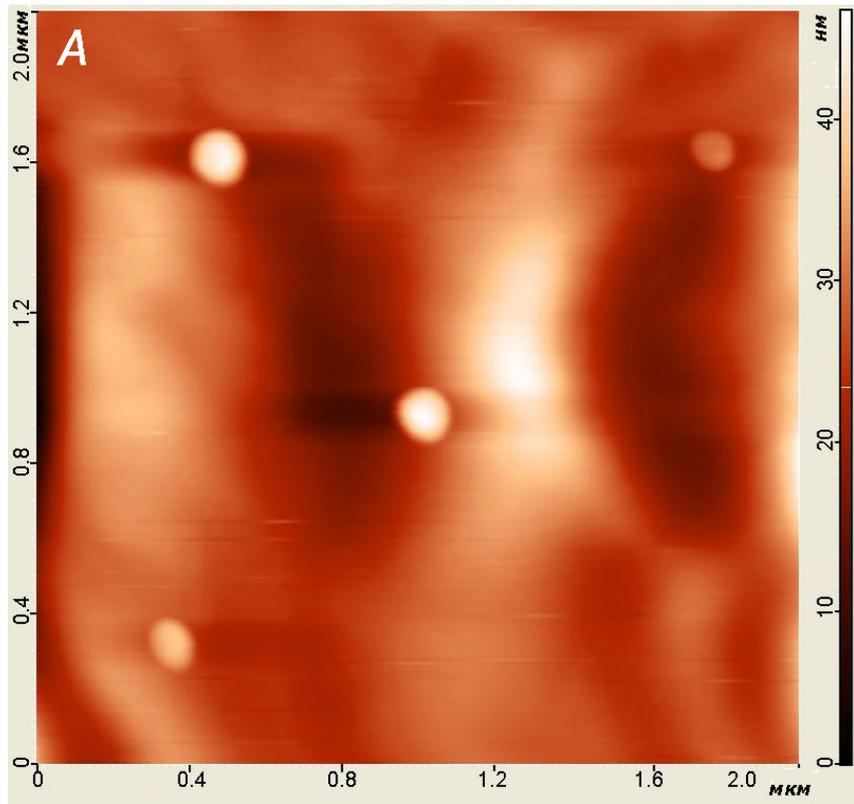
**A**



**B**

Рис. 7. 2D- АСМ-изображение области 1 контактной поверхности геркона после (А) 100- и (В) 200-кратной ИПО

На определенном этапе развития, на дне пор начинают расти конические выступы (рис. 8 *a,b*).



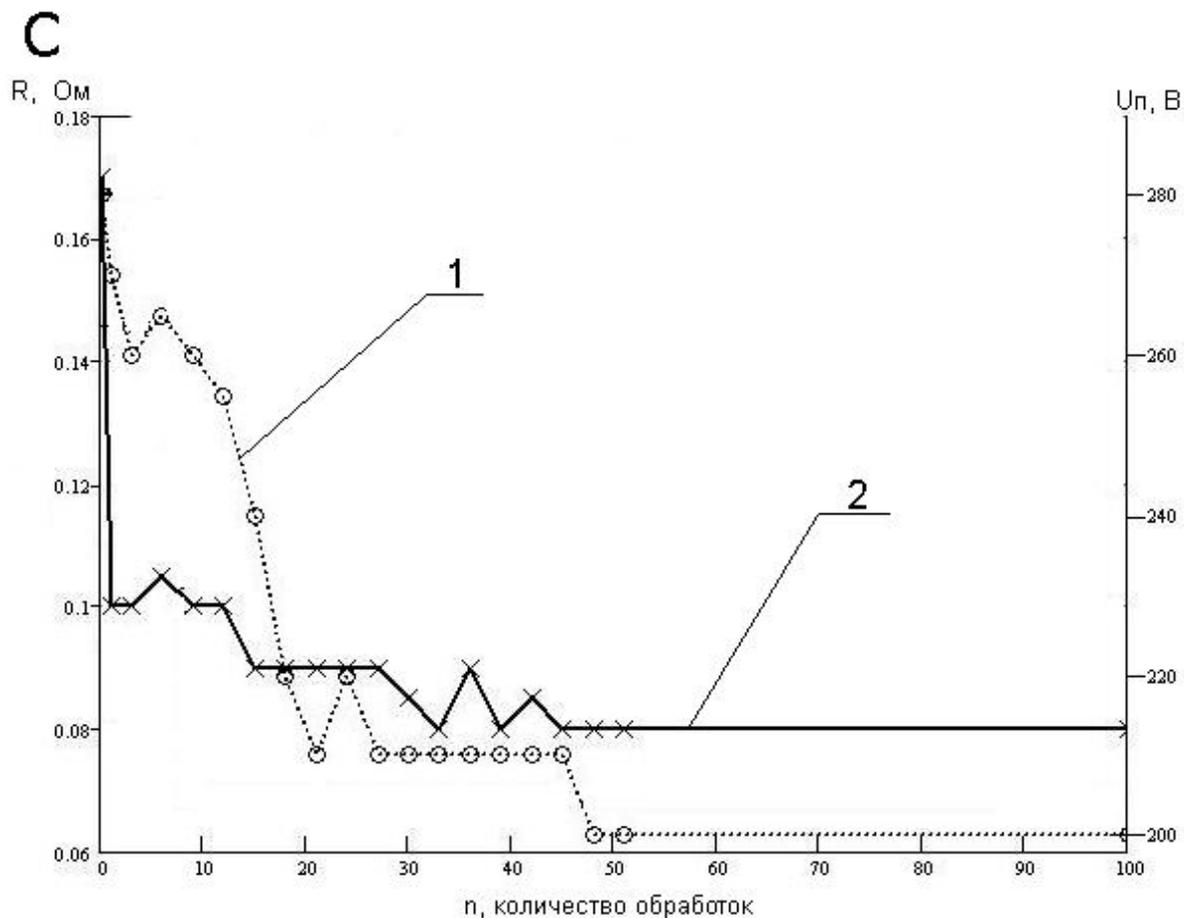


Рис. 8. (А) 2D- и (В) 3D- АСМ-изображение области 1 контактной поверхности геркона после 100-кратной ИПО; (С) зависимости напряжения пробоя  $U_n$  (кривая 1), сопротивления  $R$  (кривая 2) геркона МКА-14108 по медиане от количества обработок  $n$ . Количество герконов в партии 100 шт.

Условия появления и закономерности развития поверхностных пор и конусов на облучаемой ионами поверхности твердого тела рассмотрены в работе [12]. По мнению ее автора, основной причиной их образования являются процессы, порожденные ионно-индуцированными напряжениями и связанные с перемещением атомов в поверхностном слое. Это обусловлено ионно-ускоренной диффузией, перемещением дислокаций и рекристаллизацией. Формирование пор, вероятно, происходит за счет пересыщения поверхности внедренными атомами и заполнения ими микроскопических полостей в кристаллической решетке в результате ионно-стимулированных диффузионных и рекомбинационных процессов в приповерхностных слоях. Выход этих образований на поверхность в поле ионно-индуцированных напряжений приводит к появлению открытых пор.

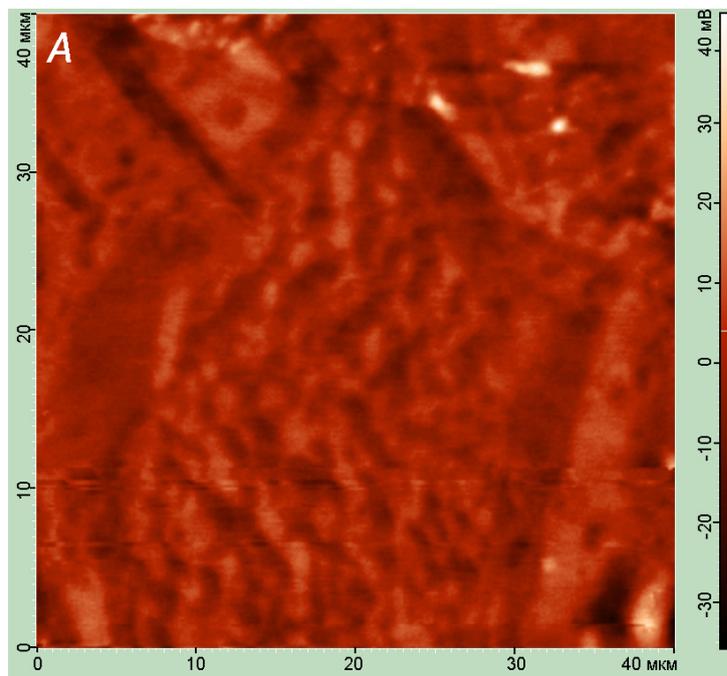
При ионной бомбардировке перенасыщение атомов со склонов поры на ее дно ведет к появлению участков с пониженным уровнем напряжений, и, следовательно, к формированию на дне пор конусов за счет локальных диффузионных стоков. При этом конусные образования понижают уровень напряжений на дне, поток материала из поры на поверхность замедляется, пора в результате уменьшается и затем распыляется [12].

Поверхности с таким рельефом (рис. 8 *a,b*) могут обладать пониженным коэффициентом распыления и вторичной электронной эмиссии. Они в меньшей степени отражают ионные потоки, характеризуются селективностью оптических свойств, высокими

автоэмиссионными параметрами. Структура конусов может изменить каталитические, коррозионные и эмиссионные свойства контактной поверхности герконов. Как видно из экспериментально полученной зависимости напряжения пробоя от количества обработок (рис. 8, с), стабилизация конусной поверхностной структуры наступает уже после проведения 30-40 ионно-плазменных обработок.

### 3.3. Потенциальный рельеф поверхности

Средний потенциал поверхности от области 1 к области 3 слабо изменяется. Например, после 100-кратной ИПО, в области 1  $\Delta\phi_1 = -180$  мВ (рис. 9), а в области 2 -  $\Delta\phi_2 = -100$  мВ (рис. 10). После  $10^7$  срабатываний в «сухой» цепи средний потенциал во всех областях возрастает примерно на 130 – 160 мВ (рис. 11) (а работа выхода, соответственно, уменьшается на 0,130 – 0,160 эВ), притом потенциал практически не изменяется от области к области:  $\Delta\phi_1 = -20$  мВ,  $\Delta\phi_2 = -50$  мВ,  $\Delta\phi_3 = -50$  мВ. У исходных образцов (без ИПО) средний потенциал равен приблизительно 180 мВ (рис. 12). Следовательно, работа выхода у контактов геркона, прошедшего плазменную обработку, увеличивается примерно на 0,360 эВ. Это связано с ионной очисткой поверхности и ее азотированием. Эти процессы изменяют степень растекания электронного облака, которая зависит от рельефа и состава исследуемой поверхности [9]. Так, из формулы (3) видно, что разным растеканием электронного облака объясняются отличия в значениях работ выхода исходного и ионно-облученного образцов.



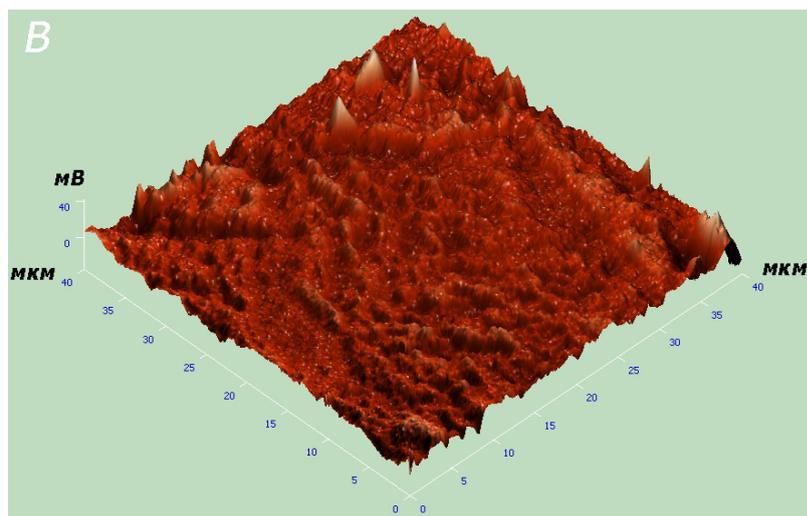


Рис. 9. АСМ-изображение распределения поверхностного потенциала контактной поверхности в области 1 после 100-кратной ИПО: (А) 2D, (В) 3D

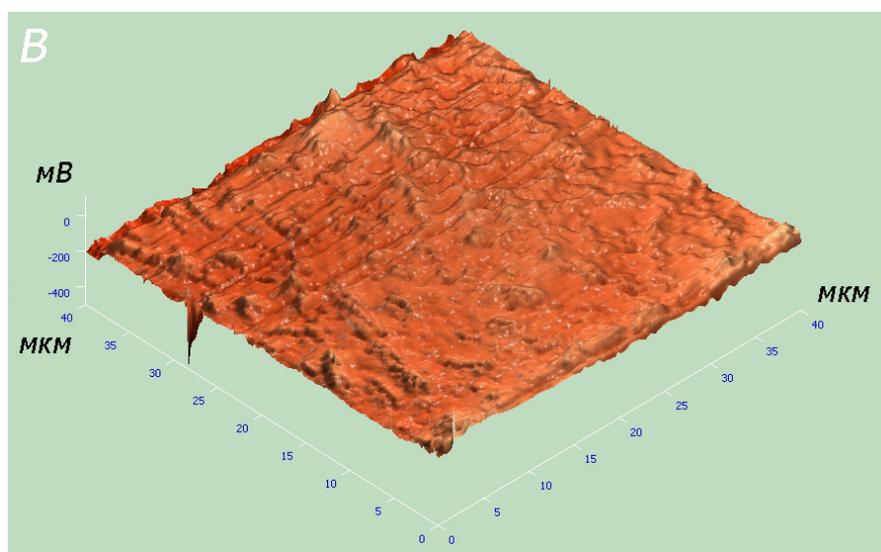
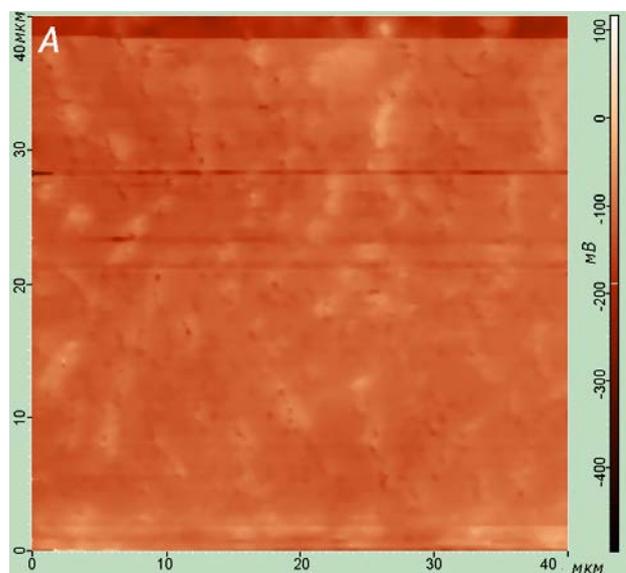
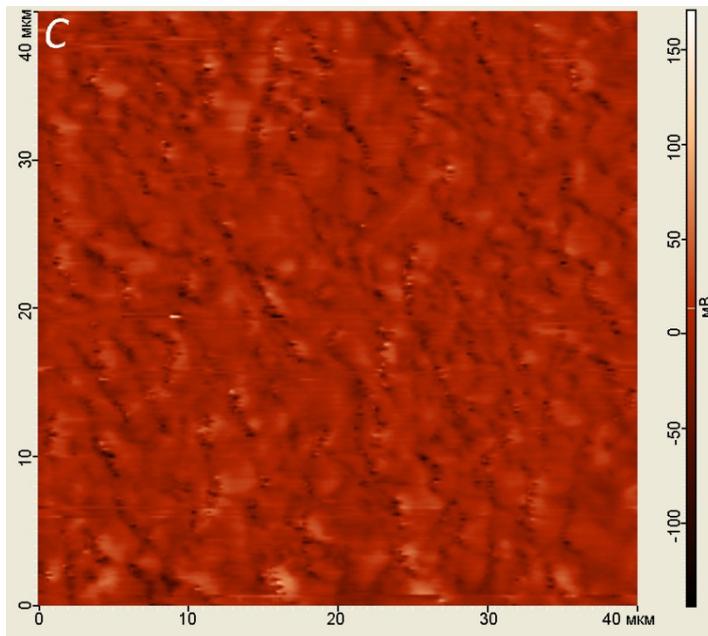
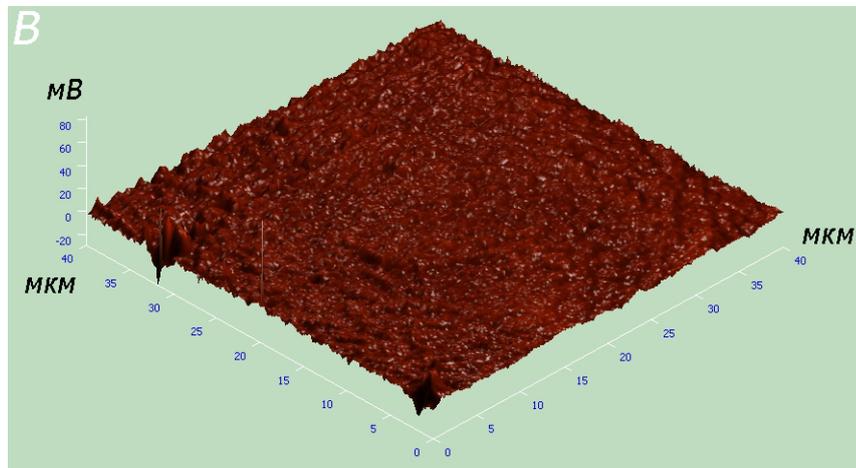
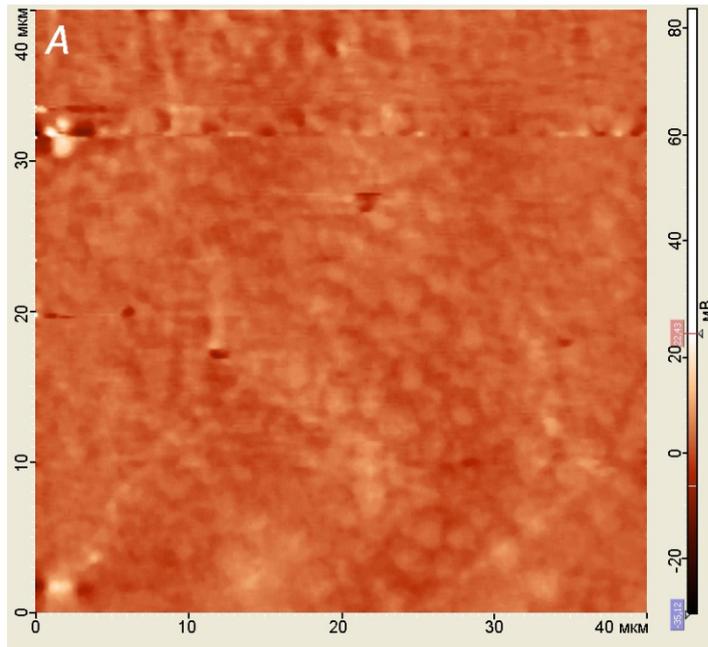


Рис. 10. АСМ-изображение распределения поверхностного потенциала контактной поверхности в области 2 после 100-кратной ИПО: (А) 2D, (В) 3D



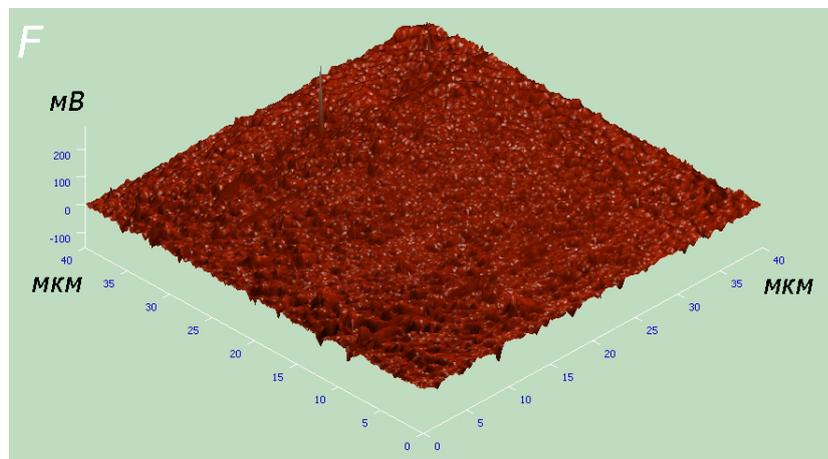
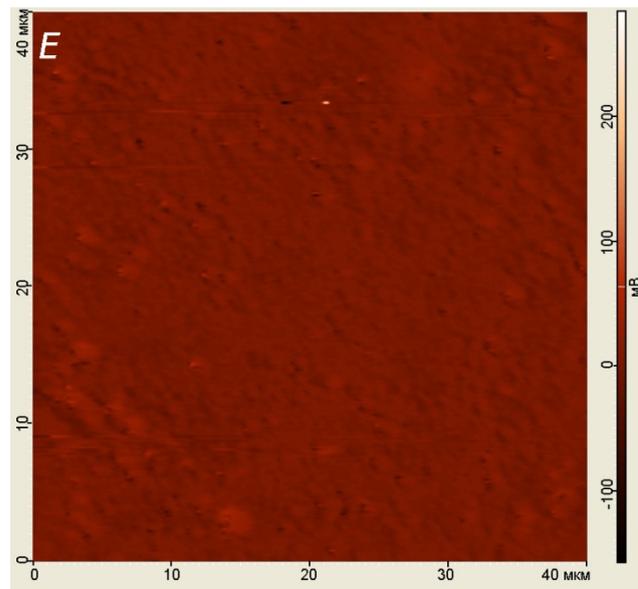
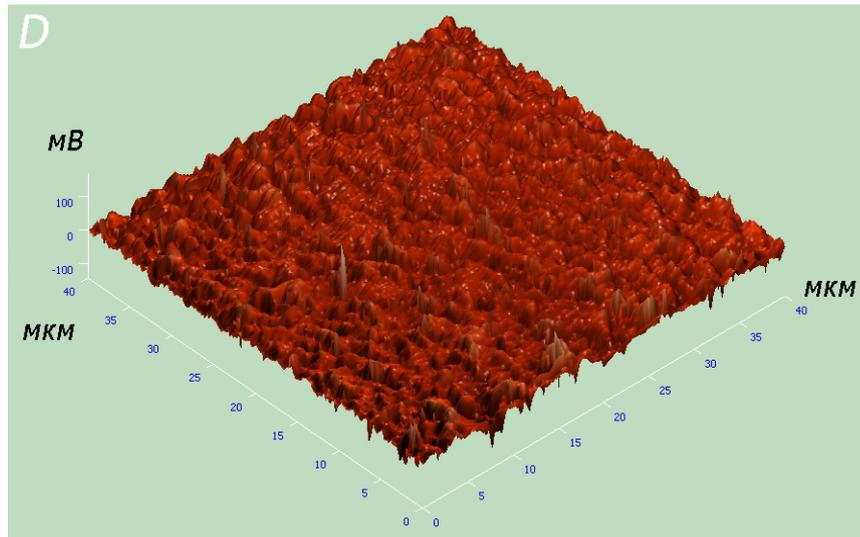


Рис. 11. 2D-, 3D- АСМ-изображение распределения поверхностного потенциала контактной поверхности после 100-кратной ИПО и  $10^7$  срабатываний в «сухой» цепи в области: 1 – (А), (В); 2 – (С), (D); 3 - (Е), (F)

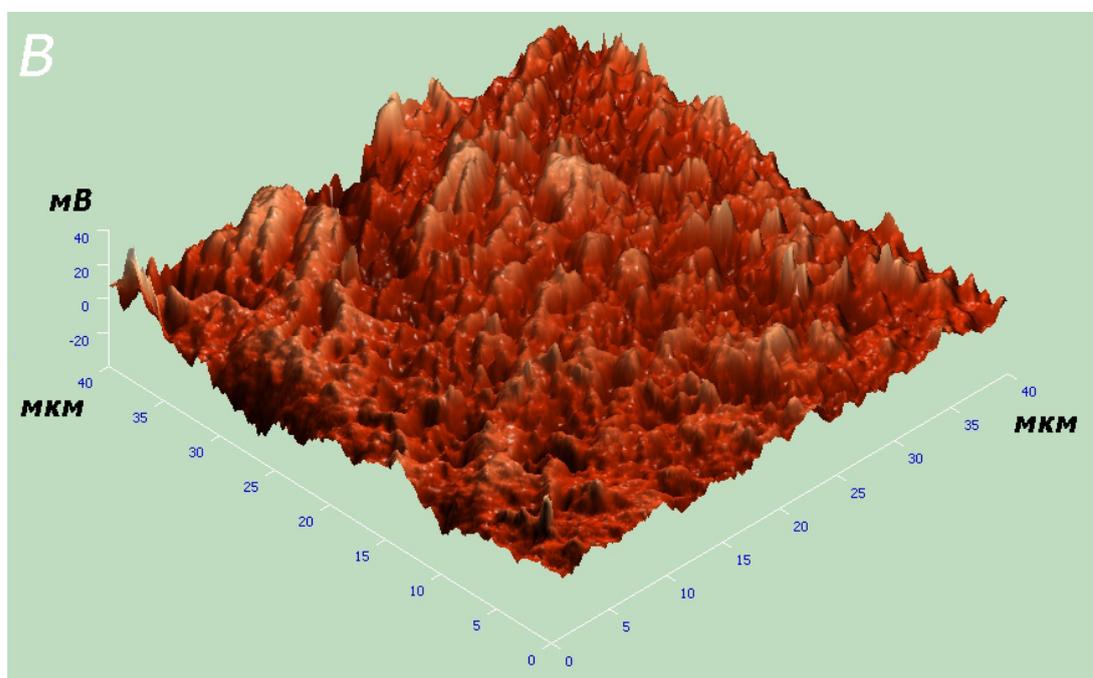
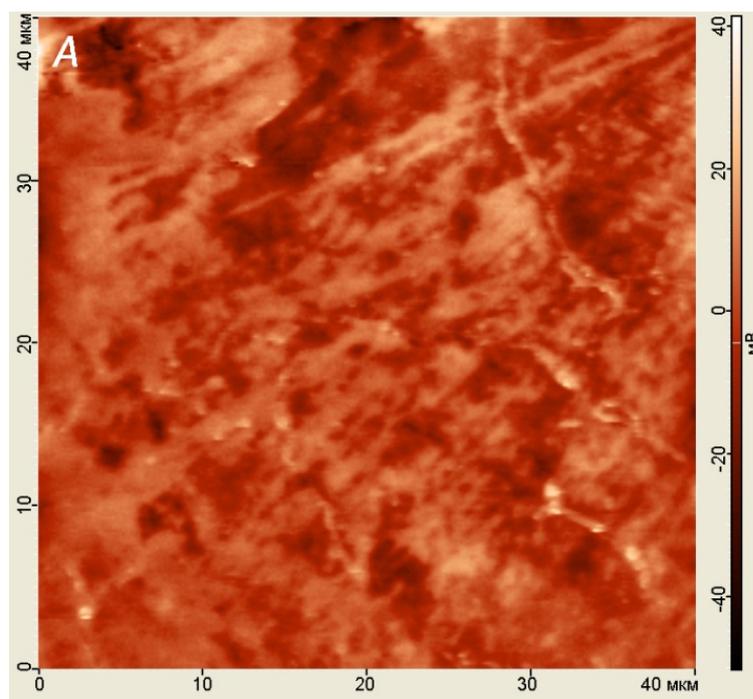


Рис. 12. АСМ-изображение распределения поверхностного потенциала контактной поверхности исходного образца (без ИПО): (А) – 2D, (В) – 3D

Характеристики изученных на атомно-молекулярном уровне контакт-деталей Fe-Ni, подвергнутых активационному легированию в низкотемпературной плазме азота, а именно: переходное электрическое сопротивление, потенциальный рельеф поверхности, эффективная механическая и эрозионная износостойкость, конгруэнтная устойчивость фазового состояния деталей геркона в стендовых и эксплуатационных испытаниях – все это целенаправленно достигается процессами воспроизводства сингулярной фазовой структуры в диапазоне наноскейлинга [5].

#### 4. Заключение

В результате проведенных исследований удалось обеспечить такое электрофизическое условие разряда, при котором в приповерхностной области пермаллоевых контактов герконов формируются коррозионно- и эрозионноустойчивые наноразмерные слои с высокой электропроводностью, что позволяет отказаться от применения контактных покрытий из драгоценных металлов, изготовленных гальваническим способом. Оже-профиль распределения концентраций элементов в приповерхностной области, полученный в [5], и изображения наноструктурных контактных выступов, полученные с помощью атомно-силового микроскопа, свидетельствуют о формировании наноструктурного поверхностного контактного слоя. Кроме того, кардинальное изменение характеристик контактных поверхностей также свидетельствует о достижении наноструктурных состояний приповерхностных атомных слоев. Поверхностная наноструктура (нанорельеф с проводящими выступами) обеспечивает реализацию принципа повышенной надежности – многоуровневой эшелонированной защиты контактов от эрозионных, коррозионных и механических разрушений, увеличивает количество точек контактирования, повышает помехозащищенность от посторонних частиц, и в конечном итоге кардинально решает проблему качества герконов, существенно уменьшая количество отказов в процессе эксплуатации.

#### Литература

1. Зельцер И.А., Карабанов С.М., Майзельс Р.М., Моос Е.Н., Саблин В.А. Модификации поверхности герметизированных магнитоуправляемых пермаллоевых контактов импульсными разрядами. В сборнике трудов второй Международной научно-практической конференции «Магнитоуправляемые контакты (герконы) и изделия на их основе». – Рязань: Изд. Полиграф, 2009. – С. 174-177.
2. Зельцер И.А., Карабанов С.М., Майзельс Р.М., Саблин В.А. Исследование и разработка методов модификации поверхности герметизированных магнитоуправляемых контактов. В сборнике трудов второй Международной научно-практической конференции «Магнитоуправляемые контакты (герконы) и изделия на их основе». – Рязань: Изд. Полиграф, 2009. – С. 184-207.
3. Арушанов К.А., Зельцер И.А. Аппаратурные и технологические аспекты создания герконов с наноструктурированными контактными поверхностями. Вестник РГРТУ, 2009, 3. С. 93-98.
4. Зельцер И.А., Карабанов С.М., Майзельс Р.М., Моос Е.Н., Саблин В.А. Модификация поверхности герметизированных магнитоуправляемых железоникелевых контактов. В тезисах докладов X Международного семинара «Структурные основы модификации материалов методами нетрадиционных технологий». – МНТ-Х: Обнинск, Россия, 2009. С. 58-59.
5. Karabanov S.M.; Zeltser I.A.; Maizels R.M.; Moos E.N.; Arushanov K.A. Creation of Principally New Generation of Switching Technique Elements (Reed Switches) with Nanostructured Contact Surfaces. Journal of Physics: Conference Series, 2011, v. 291, No. 01 2020, pp. 1-17.
6. Карабанов С.М., Майзельс Р.М., Шоффа В.Н. Магнитоуправляемые контакты (герконы) и изделия на их основе. – Издательство «Интеллект», Долгопрудный, Россия, 2011.

7. Арзамасов Б.Н., Братухин А.Г., Елисеев Ю.С., Панайоти Т.А. Ионная химико-термическая обработка сплавов в газовой среде. – Издательство «МГТУ им. Н.Э. Баумана». – Москва, Россия, 1999.
8. Лященко Б.А., Мироненко В.И., Радько О.В., Бобырь С.А. Особенности азотирования стали 30ХГСА в пульсирующем разряде. – Издательство «Вісник Черкаського національного університету»: Черкассы, Украина, 2007. – С. 107-110.
9. Шуппе Г.Н. Вопросы электронных и ионных эмиссий (виды эмиссий). В учебном пособии «Физические основы электронной техники». Часть 2; РРТИ, – Рязань, Россия, 1986. С. 84
10. Зельцер И.А., Карабанов А.С., Моос Е.Н. Образование диссипативных структур в кристаллах при термо- и электропереносе. Физика твердого тела 2005, т. 47, Вып.11, с. 1921-1926.
11. Емельянов В.И., Рухляда Н.Я. Дефектно-индуцированная неустойчивость и образование поверхностных структур с двумя масштабами при обработке поверхности плазмой. Научные технологии 2009. Т. 10, № 6. – С. 3-13.
12. Беграмбеков Л.Б. Модификация поверхности твердых тел при ионном и плазменном воздействии. – МИФИ, Москва, Россия, 2001.