

ИССЛЕДОВАНИЕ ИОННО-ПЛАЗМЕННОЙ МОДИФИКАЦИИ ЖЕЛЕЗОНИКЕЛЕВЫХ ГЕРМЕТИЗИРОВАННЫХ МАГНИТОУПРАВЛЯЕМЫХ КОНТАКТОВ МЕТОДОМ ЭЛЕКТРОННОЙ ОЖЕ- СПЕКТРОСКОПИИ

И.А. Зельцер, С.М. Карабанов, д.т.н., А.А. Кузнецов*, канд. физ.-мат. наук,
Р.М. Майзельс, доктор электротехники, В.А. Саблин,
Е.Я. Черняк*, канд. физ.-мат. наук
390027, ул. Новая 51В, г. Рязань, Россия, ОАО «РЗМКП»
*390023, проезд Яблочкова 5, корп. 19, г. Рязань, Россия, ООО «Шибболет»

Исследована ионно-плазменная модификация пермаллоевых контактов герконов методом электронной оже-спектроскопии (ЭОС). Обнаружена корреляция между элементным и химическим составом поверхности и свойствами приповерхностной области контактов.

Ion-plasma modification of permalloy contacts of reed switches by the Auger electron spectroscopy method (AES) is investigated. A correlation between elemental and chemical composition of the surface and properties of the surficial region of contacts is shown.

Разработан принципиально новый технологический процесс модификации контактирующих поверхностей магнитоуправляемых контактов (МК), состоящий в том, что после заварки контактных пружин в наполненный газом стеклянный баллон через МК, находящиеся в разомкнутом состоянии, пропускают импульсы тока, которые и вызывают формирование в приповерхностной области МК наноразмерных слоев с заданными контактными свойствами. В результате проведенных работ [1-3] удалось обеспечить такое электрофизическое условие разряда, при котором в приповерхностной области пермаллоевых контактов герконов формируются коррозионно- и эрозионно-устойчивые наноразмерные слои с высокой электропроводностью, что позволит отказаться от применения специальных покрытий из драгоценных металлов, изготовленных гальваническим путем. Для осуществления процесса сконструирован опытный образец установки [3]. Разработанный процесс модификации был опробован при промышленном изготовлении принципиально нового образца геркона с наноструктурированными контактными поверхностями типа МКА-14108. Положительные результаты коммутационных испытаний позволили рекомендовать разработанные техпроцесс, установку для его реализации и сам геркон МКА-14108 к промышленному освоению [1-3].

Дальнейшее развитие метода ионно-плазменной модификации и распространение полученного опыта на другие типы герконов связано с изучением состояния поверхности контактов при ионно-плазменном воздействии и коммутации. Для решения этих задач необходимо знать элементный и химический состав поверхности и приповерхностных слоев, который может быть измерен одним из наиболее универсальных методов – ЭОС. Современные методы регистрации и обработки оже-спектров позволяют проводить анализ с пределом обнаружения 0,1 ат. % и пространственным разрешением ≥ 10 нм, а также определять концентрации элементов в несколько ат. %, с погрешностью не более $\pm 50\%$.

Целью данной работы является исследование процессов ионно-плазменной модификации и коммутации железоникелевых контактов методом ЭОС.

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 проволоки, отожженной после перетяжки в водороде

при температурах 900 или 1050 °С, а затем обезжиривались и отжигались в атмосфере азота или водорода. В качестве газового наполнения при герметизации использовался спектрально чистый (99,999%) азот.

Обработка контактных поверхностей герконов проводилась высоковольтными импульсными разрядами на специальном оборудовании [3]. Коммутационные испытания проводились в микрорежимах и на холостом ходу.

Анализ элементного состава поверхности контактов (до и после обработки) осуществлялся на электронном оже-спектрометре. Прибор 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 [4]. 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 мА/см². Все измерения проводились в вакууме 2×10^{-7} Па для устранения эффектов электронно-стимулированной адсорбции молекул остаточных газов на исследуемых поверхностях.

После герметизации электрическое сопротивление герконов МКА-14108, независимо от режима отжига проволоки и контакт-деталей, в 2-4 раза превышает сопротивление серийных приборов МКА-14103 (рис. 1).

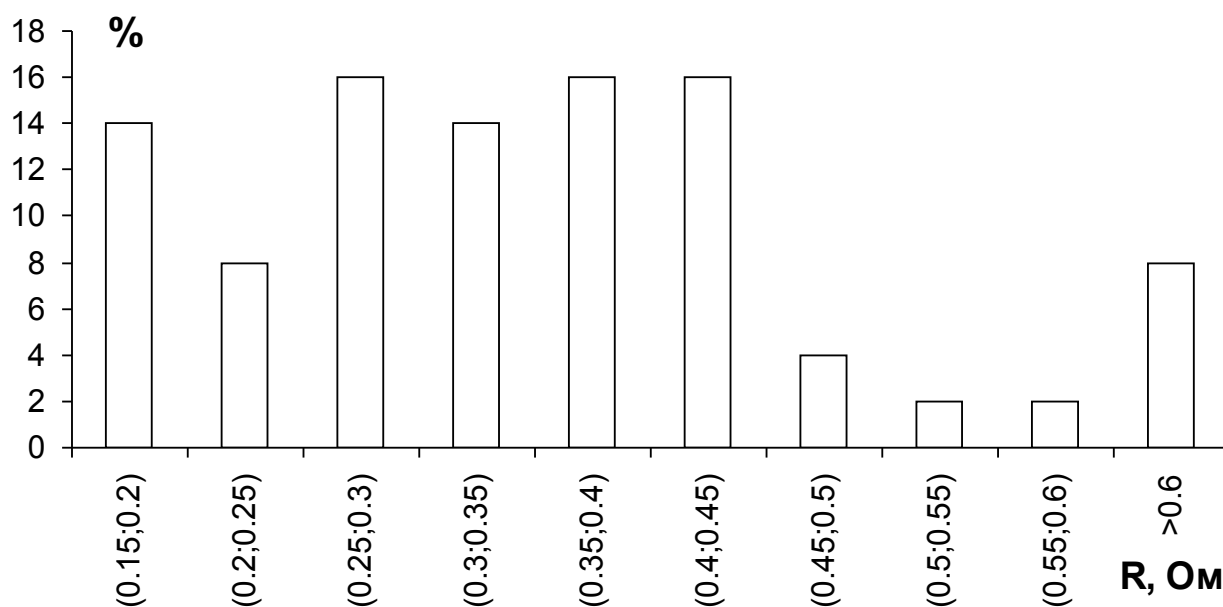


Рис. 1. Распределение герконов МКА-14108 по сопротивлениям до ионно-плазменной обработки (после заварки)

Типичные оже-спектры контактных поверхностей герконов МКА-14108 представлены на рис. 2. На спектрах, кроме оже-линий железа и никеля, присутствуют оже-линии кислорода, углерода, оксида кремния (стекла), серы, хлора и азота. Поэтому можно предположить, что рост сопротивления геркона после заварки связан с окислением контактной поверхности, попаданием на нее нанокнопель стекла, адсорбцией паров масла на воздухе с последующим образованием полимерных пленок.

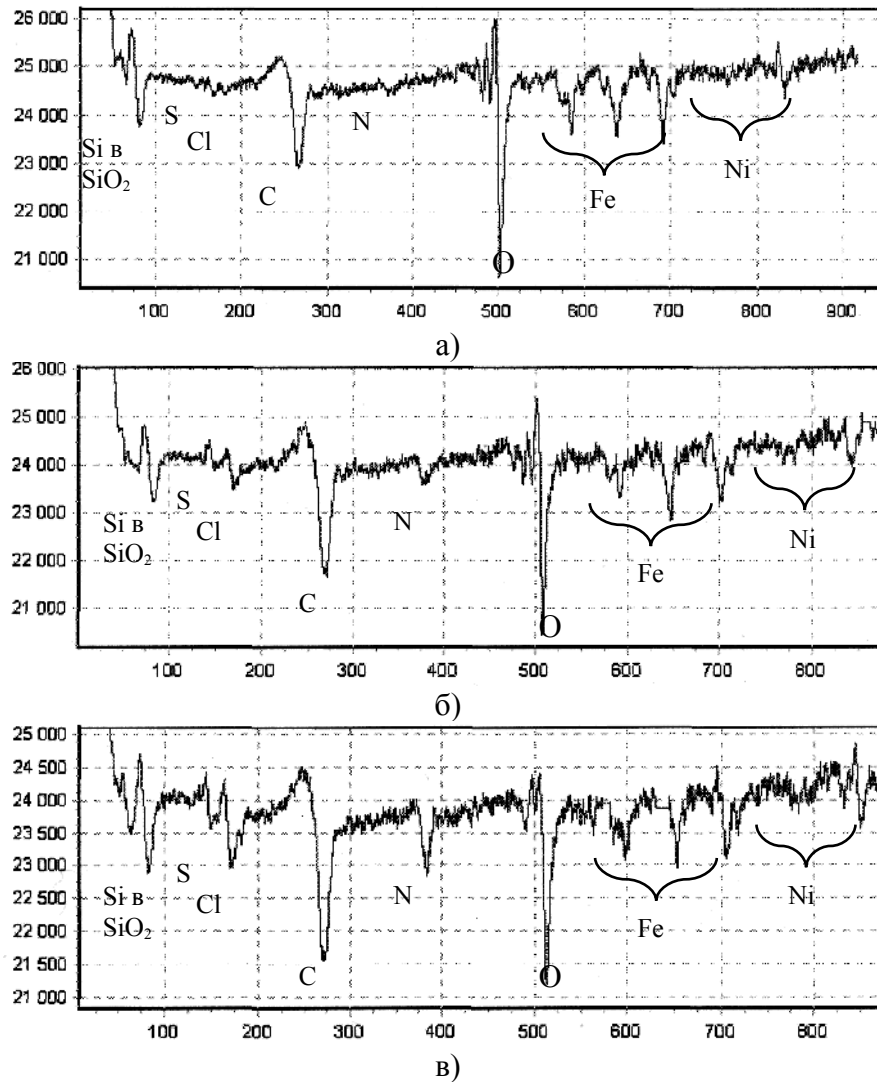


Рис. 2. Оже-спектры контактных поверхностей герконов МКА-14108 после заварки (до ионно-плазменной обработки): а) край контакт-детали; б) 400 мкм от края; в) 800 мкм от края

После проведения обработки высоковольтными импульсными разрядами сопротивление герконов МКА-14108 уменьшилось (рис. 3) и стало соответствовать сопротивлению серийных приборов МКА 14103.

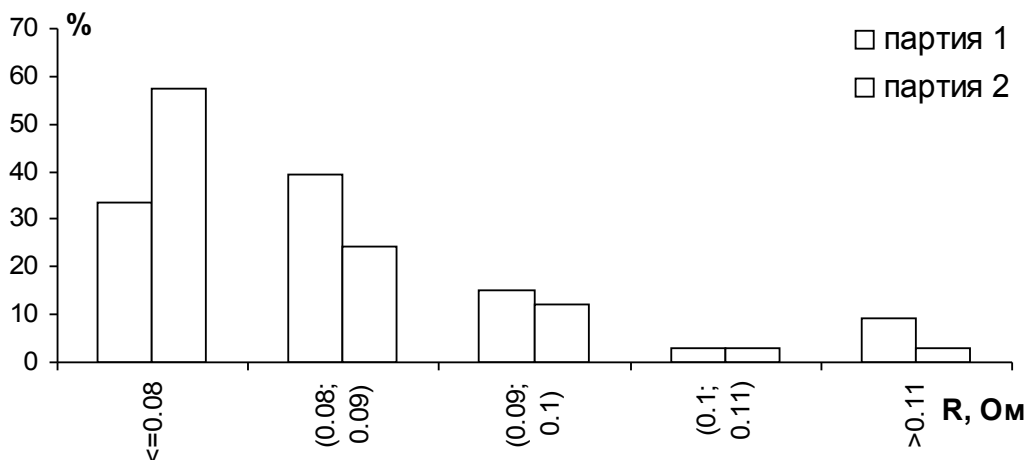


Рис. 3. Распределение герконов МКА-14108 по сопротивлениям после ионно-плазменной обработки. Температура отжига проволоки: партия 1 – 900 °С; партия 2 – 1050 °С. Режим отжига контакт-деталей: партия 1 – МАГПАЗ 830 °С; партия 2 – 920 °С, 6 ч в N_2

Типичные оже-спектры контактных поверхностей герконов МКА-14108 после ионно-плазменной обработки (ИПО) представлены на рис. 4. Оже-спектр в зоне ИПО приведен на рис. 4а, а вне нее – на рис. 4б, 4в. На спектрах за пределами обработанной области (рис. 4б, в) так же, как на спектрах, полученных от необработанных в газовом разряде поверхностей контактов, видны оже-линии железа, никеля, кислорода, углерода, оксида кремния (стекла), серы, хлора и азота. Однако в зоне ИПО ситуация существенно изменяется. Оже-линия оксида кремния отсутствует, интенсивность оже-линии кислорода уменьшилась, а оже-линия азота стала более интенсивной (рис. 4а). Наблюдаемое на практике изменение состава поверхности и уменьшение сопротивления после ИПО напрямую связано с распылением ионами азота полимерных пленок и паразитных покрытий (из оксида кремния и окислов железа), повышающих сопротивление геркона.

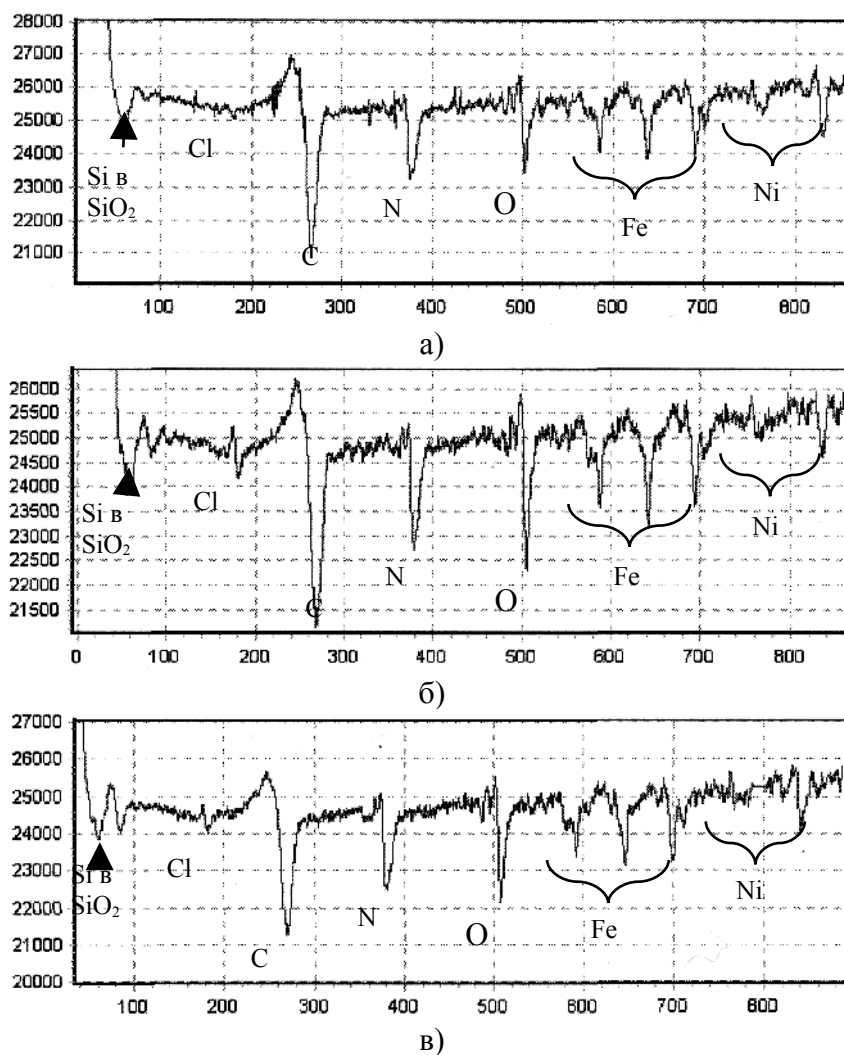


Рис. 4. Оже-спектры контактных поверхностей герконов МКА-14108 после ионно-плазменной обработки: а) край контакта; б) 400 мкм от края; в) 800 мкм от края

Таким образом, в результате воздействия плазмы азота на пермаллой, атомы плазмообразующего и реакционно-способного азота проникают в поверхностные слои материала на глубину, по крайней мере, до 80 нм, а у поверхности образуются нанофазные системы из нитридов элементов, входящих в состав материала (рис. 5).

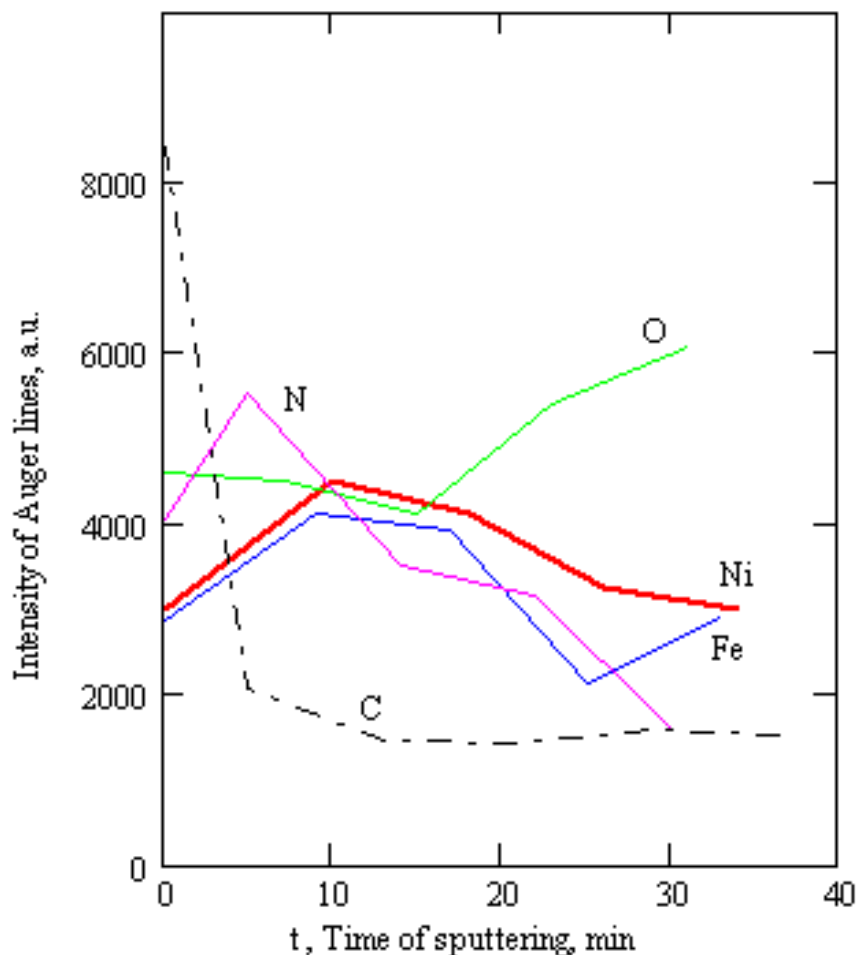


Рис. 5. Изменение интенсивностей оже-линий N, C, O, Fe и Ni от времени распыления t для контактной поверхности геркона МКА-14108 после ИПО (температура отжига исходной проволоки $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ в H_2 , отжиг контакт-деталей $920\text{ }^{\circ}\text{C}$, 6 ч в H_2)

В результате формирования поверхностных нанослоев повышается коррозионная стойкость, микротвердость, износостойкость железоникелевых контактов. Известно [5], что главный эффект действия коррозии и загрязнений на электрические контакты заключается в ухудшении проводимости, поэтому сопротивление контактов этим процессам может характеризоваться числом замыканий, при котором наступает ухудшение проводимости. Сопротивление контактов эрозии может также характеризоваться числом замыканий, при котором наступает неразмыкание контактов. Поэтому герконы МКА-14108 после ИПО на специальном оборудовании [3] были подвергнуты коммутационным испытаниям. Испытания проводились на активную нагрузку и в режиме холостого хода. Они показали, что наработка опытных герконов, предварительно обработанных высоковольтными разрядами, соответствует требованиям, предъявляемым к долговечности серийных приборов.

Литература:

1. Зельцер И.А., Карабанов С.М., Майзельс Р.М., Моос Е.Н., Саблин В.А. Модификации поверхности герметизированных магнитоуправляемых пермалловых контактов импульсными разрядами // Сборник трудов второй Международной научно-практической конференции «Магнитоуправляемые контакты (герконы) и изделия на их основе», 1-3 октября 2008 г. Под ред. д.т.н. С.М. Карабанова. – Рязань: Изд. «Полиграф», 2009.
2. Зельцер И.А., Карабанов С.М., Майзельс Р.М., Саблин В.А. Исследование и разработка методов модификации поверхности герметизированных магнитоуправляемых контактов // Сборник трудов второй Международной научно-практической конференции «Магнитоуправляемые контакты (герконы) и изделия на их основе», 1-3 октября 2008 г. Под ред. д.т.н. С.М. Карабанова. – Рязань: Изд. «Полиграф», 2009.
3. Карпов А.С., Майзельс Р.М., Шишкина Л.В., Шкутенко Л.Н. Установка для автоматической ионно-плазменной обработки герконов // Сборник трудов второй Международной научно-практической конференции «Магнитоуправляемые контакты (герконы) и изделия на их основе», 1-3 октября 2008 г. Под ред. д.т.н. С.М. Карабанова. – Рязань: Изд. «Полиграф», 2009.
4. 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.
5. Разумихин М.А. Эрозионная устойчивость маломощных контактов. – М.-Л.: Энергия, 1964. – 80 с.