

МИКРОТЕКСТУРА ПОВЕРХНОСТИ ПОКРЫТИЙ ОКСИНИТРИДОВ ТИТАНА, ОСАЖДЕННЫХ МЕТОДОМ РЕАКТИВНОГО МАГНЕТРОННОГО РАСПЫЛЕНИЯ

Мазурик Е.А., Арышева Г.В., Пустовалова А.А.

Научный руководитель: Пичугин В.Ф., доктор физико-математических наук, профессор ТПУ
Томский политехнический университет, Россия, 6340034, г. Томск, пр. Ленина, 30
E-mail: mazurik_ea@mail.ru

Сердечнососудистые заболевания являются существенным вызовом современной медицины, поэтому разработка методов их лечения является актуальной задачей. Среди последних – стентирование (введение в суженный участок сосуда стента), является одним из основных. При разработке стентов существует проблема тромбогенности стента, связанная со свойствами его поверхности: шероховатостью, электрическим потенциалом и свободной энергией [1]. Для получения полной биосовместимости стента со стенками сосуда необходимо контролировать значения каждого из этих свойств.

Шероховатость поверхности стента связана с ее текстурой, которая критична при взаимодействии с кровью. Из неорганических покрытий, оптимальным для стентов на современном этапе является покрытие на основе оксинитридов титана.

Цель настоящей работы является исследование текстуры поверхности биосовместимых покрытий оксинитридов титана.

Материалы и методы исследования

Нанесение оксинитридных покрытий производили путем реактивного магнетронного распыления на установке «УВН-200МИ» в Томском Политехническом Университете. В качестве подложки используем нержавеющую сталь 12Х18Н10Т. Нержавеющая (коррозионно-устойчивая) сталь 12Х18Н10Т относится к аустенитному классу, отличается высокими прочностными характеристиками, устойчивостью к негативным атмосферным воздействиям и многим видам кислот [2]. В качестве плазмообразующего и реактивного газов использовалась смесь кислорода (O_2) и/или азота (N_2) в различных соотношениях. Параметры напыления: катод – Ti марки ВТ-1.0, рабочее давление в камере – 0,1 Па, мощность – 1 кВт, ток – 3 А, скорость натекания рабочего газа – 5мл/мин, время осаждения - 90 мин, расстояние между подложкой и магнетроном – 100 мм. Соотношение парциального давления газов N_2 и O_2 : $p(O_2)/p(N_2)=1/3$ и $p(O_2)/p(N_2)=1/1$.

Морфология поверхности и элементный состав покрытий исследовали на сканирующем электронном микроскопе (SEM) ESEM Quanta 400 FEG from FEI, со встроенным EDX-анализатором (EDS analysis system Genesis 4000, S-UTW-Si(Li)detector) в Германии в университете Дуйсбург-Эссен, работающим в условиях высокого вакуума (10^{-5} Па). Анализ SEM-изображений и расчет размеров фрагментов

(«зерен»), составляющих покрытия, проводили методом секущих с использованием программы Adobe-Photoshop CS3.

Результаты и их обсуждения

В качестве объектов исследования использовали 3 образца: образец №1 – образец с диоксидным покрытием титана; образец №2 – с покрытием из оксинитрида титана с соотношением парциального давления $p(O_2)/p(N_2)=1/3$; образец №3 – с покрытием из оксинитрида титана с соотношением парциального давления $p(O_2)/p(N_2)=1/1$. Все образцы напылялись без смещения, время осаждения – 90 мин.

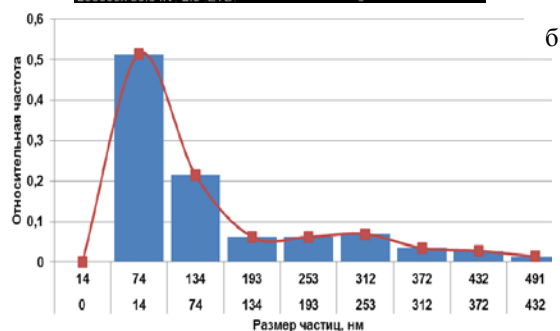
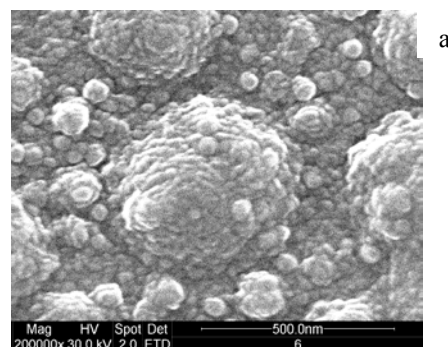


Рис. 1. SEM-изображение поверхности образцов №1 (а) и гистограмма распределения частиц по размерам (б).

Типичное электронно-микроскопическое изображение поверхности (Рис. 1, а) показывает, что поверхность покрытия однородная, имеет сложный рельеф, без видимых дефектов (трещин, пор, кратеров и др.). Типичными элементами покрытия являются фрагменты куполообразной формы – «зерна», состоящие из более мелких и одинаковых по форме частиц порядка нескольких нанометров (субструктура). Для количественной оценки размера таких «зерен» построены распределения частиц по

размеру для всех образцов (Рис. 1, б). Из результатов полученных гистограмм видно, что поверхность образцов с покрытиями характеризуются параметрами, соответствующими двум масштабным уровням – бимодальное распределение. Бимодальное распределение для образцов первой группы (№1) характеризуется резким высоким пиком в интервале 14÷134 нм со средним размером «зерна» ~30 нм и небольшим широким пиком в интервале 134÷374 нм со средним размером «зерна» ~280 нм, соответственно.

Микроструктура покрытий образцов второй и третьей группы (№2 и №3, соответственно) однородна, имеет развитый рельеф и дисперсно-распределенные по поверхности частицы капелек фракции осаждаемого металла. Более детальный анализ морфологии поверхностей покрытий, проведенный с использованием растровой электронной микроскопии показывает, что все покрытия имеют развитую фрагментированную структуру (рис. 2, а и рис. 3, а), а размеры структурного элемента покрытия зависят от параметров осаждения.

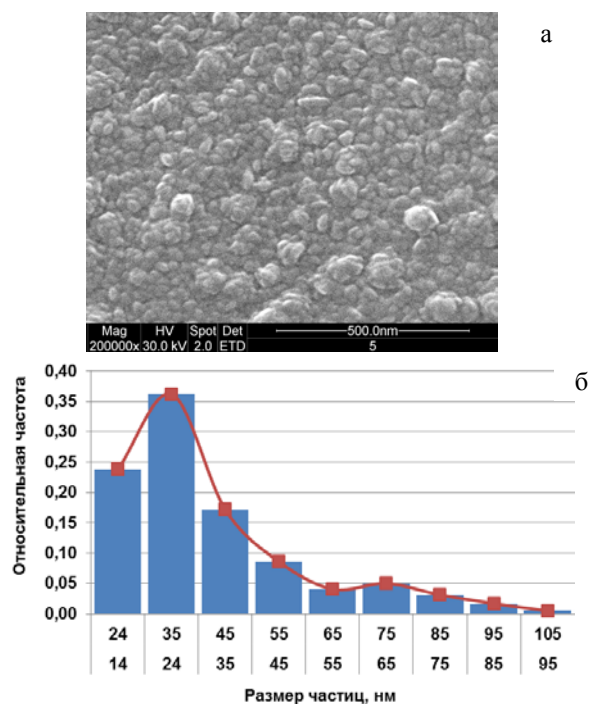


Рис. 2.. SEM-изображение поверхности образцов №2 (а) и гистограмма распределения частиц по размерам (б).

На гистограмме Рис.2, б виден четко выраженный пик в интервале 14÷55 нм и менее явный широкий - в интервале 60÷90 нм. Исходя из этого, можно предположить, что также имеет место бимодальным распределением фрагментов со средним размером «зерна» ~30 нм и ~70 нм, соответственно.

Однако, в случае группы образцов №3 (Рис.3, б) наблюдаем на гистограмме один широкий пик в

интервале 10÷50 нм и крайне малый пик в интервале 70÷80 нм.

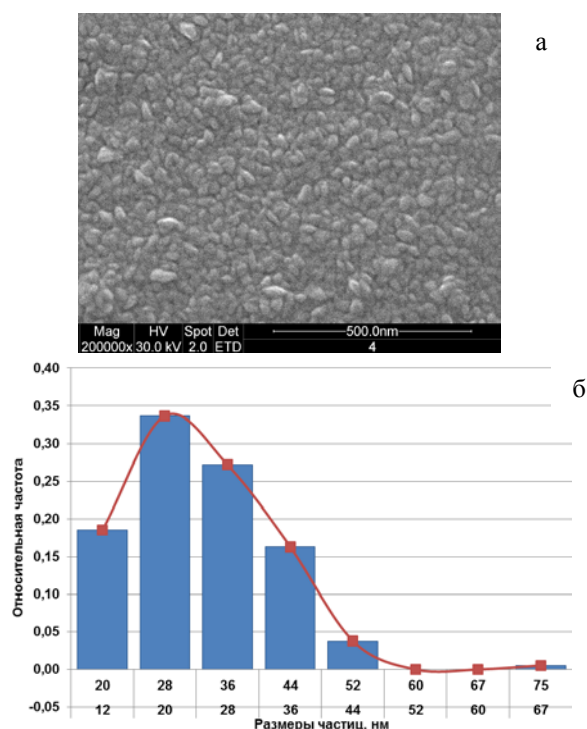


Рис. 3. SEM-изображение поверхности образцов №3 (а) и гистограмма распределения частиц по размерам (б).

Таким образом, полученные данные позволили выявить зависимость изменения размера и структуры зерна от условий формирования покрытий.

Источники используемой литературы

1. Palmaz J.C. Intravascular stents: tissue-stent interaction and design consideration// Am. J. Roentgenol.–1993.–Vol.160.–P.279–284.
2. Центральный металлический портал РФ [Электронный ресурс].–URL: http://metallicheckiy-portal.ru/marki_metallov/stk/12X18H10T. (Дата обращения: 20.02.2014).