

**ИССЛЕДОВАНИЕ ПАРАМЕТРОВ ПЛАЗМЫ РЕАКТИВНОГО МАГНЕТРОННОГО РАЗРЯДА С  
ПОМОЩЬЮ ЗОНДА ЛЕНГМЮРА**

С. Чжилей, М.Е. Конищев, К.Е. Евдокимов

Научный руководитель: профессор, д.ф.-м.н. В.Ф. Пичугин

Национальный исследовательский Томский политехнический университет,

Россия, г.Томск, пр. Ленина, 30, 634050

E-mail: mkonishchev@gmail.com

**INVESTIGATION THE PLASMA PARAMETERS OF REACTIVE MAGNETRON DISCHARGE  
USING LANGMUIR PROBE**

S. Zhilei, M.E. Konishchev, K.E. Evdokimov,

Scientific Supervisor: Prof., Dr. V.F. Pichugin

Tomsk Polytechnic University, Russia, Tomsk, Lenin str., 30, 634050

E-mail: mkonishchev@gmail.com

***Annotation.** One of the most prospective methods of making the biocompatible coatings is reactive magnetron sputtering. It allows obtaining coatings with well controllable chemical composition. In order to control magnetron plasma parametersa Langmuir probe is widely used. A method for probe data processing has been developed. It includes raw data averaging and least-square methods for determining of plasma parameters such as electron temperature and ion density. The averaging is used in order to reduce an impact of data oscillations caused by proximity of probe and discharge frequencies. Using the method, plasma discharge parameters dependence on reactive gas mixture type has been investigated.*

Проблема биосовместимости поверхности медицинских имплантатов является одной из актуальных проблем медицинского материаловедения. Особенно остро она стоит в сосудистой и кардиохирургии, в которой до 10% пациентов после имплантации страдают от повторного стеноза в стенке. Для предотвращения нежелательной реакции организма на имплантат, на их поверхности создаются покрытия, обладающие свойствами гемосовместимости [1].

В настоящее время наиболее перспективным устройством, предназначенным для снижения частоты развития рестеноза принято считать внутрисосудистыйэндопротез - стент. Одним из перспективных покрытий для коронарных стентов являются комплексные Ti-O-N пленки. Покрытия на основе оксидов и оксинитридов титана на поверхности нержавеющей стали являются биологически активными и способствуют уменьшению тромбоза и осаждению фибриногена [2].

Метод реактивного магнетронного напыления позволяет получать контролируемые по химическому составу покрытия. Импульсное напыление обеспечивает непрерывную разрядку катода, и предотвращает возникновение пробоев, обеспечивая сохранность пленки. Как результат, импульсное магнетронное напыление допускает устойчивые управляемые и повторяемые с высокой точностью процессы.

Не маловажным аспектом исследованием остается контроль процесса распыления, в частности плазма разряда. Возможность контролировать параметры плазмы несут в себе возможность

контролировать процесс получения. Его контроль в дальнейшем решит множество задач, а главное ускорит процесс анализа и определение параметров готовых покрытий

Целью настоящей работы является определение параметров плазмы, необходимых для создания физико-химической модели процесса распыления покрытий на основе оксидов и оксинитридов титана методом реактивного магнетронного распыления для их применения в качестве биосовместимых покрытий.

Для определения температуры и концентрации электронов в плазме магнетронного реактивного разряда использовался двойной зонд Ленгмюра. В качестве зонда использовалась двойная цилиндрическая вольфрамовая нить длиной 32.5мм диаметром 0.05мм каждая, расстояние между нитями составляло 3 мм. Для питания зонда использовался генератор импульсных пилообразных напряжений SG-50-0.1. Зонд располагался на расстоянии 50мм от поверхности мишени под углом 90 градусов относительно горизонта. Параметры сигнала подаваемые на зонд составляли: напряжение от -50 до 50В, частота сигнала составляла 250 кГц, длительность импульса 4мс. В качестве плазмообразующего газа использовался кислород ( $O_2$ ), азот ( $N_2$ ) и аргон (Ar). Для получения разряда использовались следующие параметры распыления: материал катода – Ti, рабочее давление в камере -  $10^{-1}$  Па, мощность 300, 500, 800 и 1000 Вт, скорость натекания газа составляла 5мл в минуту. Соотношение парциального давления газов варьировалось в зависимости от типа распыления.

Для достижения минимального значения ошибки в связи с рассинхронизацией сигнала с источника магнетрона и зонда было проведено многократное измерение показаний с зонда, не менее 30 измерений каждого режима.

Характерный вид вольт-амперной характеристики (ВАХ) двойного зонда, получаемый на данной установке, представлен на рис. 1.

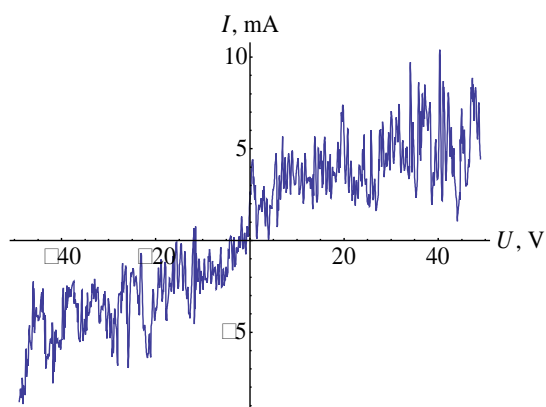


Рис. 1 Характерная ВАХ. Эта и следующая зависимость получены при разряде мощностью 1 кВт в аргонной плазме

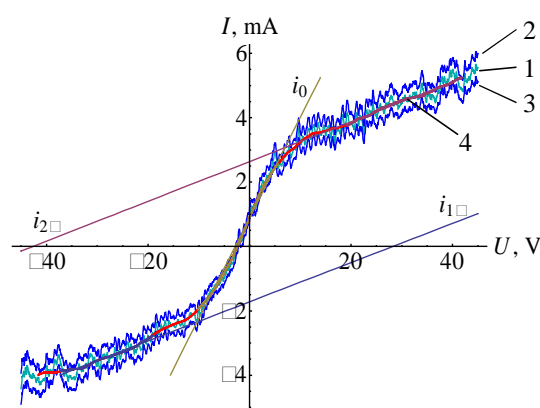


Рис. 2 Обработка ВАХ: 1 – исходные данные; 2, 3 – границы доверительного интервала, 4 – усредненная кривая,  $i_{1+}$ ,  $i_{2+}$  – ионные токи насыщения,  $i_0$  – ток в районе нуля

Отличие хода кривой от гладкой теоретической ВАХ двойного зонда обусловлено, прежде всего, близостью частоты дискретизации зонда и частоты генератора плазменного разряда. Это приводит к тому, что часть точек снимается при максимальном напряжении на катоде и, соответственно, при максимальной плотности плазмы, а часть точек – при нулевом напряжении и падающей, вследствие

распада, концентрации носителей заряда. По данной кривой проводить анализ параметров плазмы достаточно затруднительно.

Для обработки ВАХ проводилась следующая процедура (см. рис. 2): 1) последовательно делались 50-80 выборок данных ВАХ; 2) для каждой  $i$ -ой выборки методом интерполяции строилась функция  $I_i(U)$  зависимости тока через зонд от напряжения между электродами зонда; 3) конструировалась усредненная выборка ВАХ; 4) методом скользящего среднего, получалась сглаженная зависимость  $I(U)$ ; 5) методом наименьших квадратов определялись ионные токи насыщения  $i_{1+}$ ,  $i_{2+}$  и строилась зависимость  $\ln\left(\frac{I + i_{1+}}{i_{2+} - I}\right)$  от  $U$ ; 6) по величинам токов и данной зависимости определялись концентрация положительных ионов и температура электронов согласно [3].

На рис. 3 представлены сравнительные графики зависимости температуры и концентрации положительных ионов от мощности разряда.

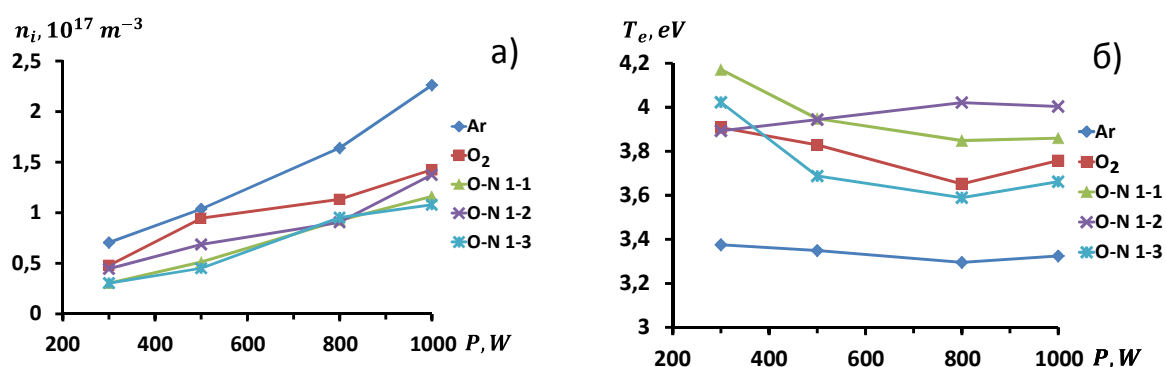


Рис. 3. Зависимости концентрации положительных ионов  $n_i$  а) и температуры  $T_e$  б) от мощности источника разряда  $P$

Анализ зависимостей (см. рис. 3) дает следующее: 1) в металлическом режиме (атмосфера Ar) температура и концентрация ионов растет линейно с увеличением мощности; 2) в оксидном режиме (атмосфера смеси O<sub>2</sub> и N<sub>2</sub>) и чистом O<sub>2</sub> наблюдается линейный рост концентрации и снижение температуры электронов; 3) изменение соотношения газовой смеси не оказывает заметного эффекта на параметры плазмы, однако при максимальном значении азота в плазме, количество носителей и температура минимальны; 4) температура электронов в аргоновой плазме ниже, чем в кислородосодержащей плазме, это указывает на увеличение объема плазмы; 5) скорость распыления в аргоновой плазме выше, нежели в атмосфере кислорода, вследствие расхода O<sub>2</sub> на окисление титана.

В заключение отметим, что разработана методика обработки ВАХ зонда Ленгмюра, включающая усреднение данных, анализ ВАХ методом наименьших квадратов и получение параметров плазмы. Усреднение используется, в том числе, для минимизации влияния осцилляций, вызванных близостью частоты разряда и зонда. Данным методом была исследована зависимость параметров плазмы магнетронного разряда при распылении титана от состава реактивной газовой смеси.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Hench L., Jones J. Biomaterials, artificial organs and tissue engineering. – Woodhead Publishing: CRC Press. – 2005. – P.286.
2. Gopinath Mania, Marc D. Feldmanb, Devang Patelb, C. Mauli Agrawal // Biomaterials 28 (2007) 1689–1710
3. Р. Хаддлстоун, С. Леонард "Диагностика плазмы". – М. "Мир", 1967 г.