Wpływ mikrostruktury nanokompozytowych powłok wielowarstwowych typu Cr/CrN+a:C-H na podłożu wzmacnianym włóknami węglowymi (Carbon Fibre Composite)

The influence of the microstructure of multilayer Cr/CrN + a:C-H coatings, deposited on substrate reinforced by carbon fibers (Carbon Fiber Composite), on their physico-chemical propertiesna ich właściwości fizyko-chemiczne

Marta Janusz

Streszczenie

Kompozyty wzmacniane włóknami węglowymi (CFC) charakteryzują się wysoką wytrzymałością oraz niskim ciężarem właściwym, co sprawia, że są one szeroko wykorzystywane w różnych gałęziach przemysłu, takich jak np.: medycyna, lotnictwo,
czy elektronika. Wadą tych materiałów jest fakt, że ulegają degradacji w podwyższonej temperaturze. Jednym z rozwiązań tego problemu jest osadzenie cienkich powłok ochronnych.
W ramach realizacji pracy, wielowarstwowe, nanokompozytowe powłoki

osadzone zostały na powierzchnię CFC hybrydową techniką PLD, łącząca ablację laserową z rozpylaniem magnetronowym (ang. Hybrid Pulsed Laser Deposition). Powłoki składały się z dwóch części: z części wewnętrznej (pierwszej od podłoża) oraz zewnętrznej (mającej kontakt z otoczeniem). Część wewnętrzna została zbudowana z wielowarstwowej struktury naprzemiennie ułożonych warstw Cr/Cr2N. Jej rolą było zwiększenie jakości przylegania powłoki do podłoża oraz zmniejszenie naprężeń własnych w całym układzie. Część zewnętrzną stanowił amorficzny, uwodorniony węgiel (a-C:H) gradientowo implantowany nanocząstkami węglika chromu (Cr23C6). Część ta odpowiadała za zwiększenie właściwości mechanicznych oraz za odpowiednią biozgodność. Powłoki poddane zostały kompleksowej diagnostyce mechanicznej. Polegały one na przeprowadzeniu testów indentacyjnych, analiz na określenie siły przylegania powłoki do podłoża poprzez tzw. test na zarysowanie oraz testów odporności na zużycie w styku kula-tarcza. Testy przeprowadzono w temperaturze otoczenia oraz podwyższonej. Ze względu na potencjalne zastosowanie tego typu materiałów, tj. na narzędzia chirurgiczne, analizowano je również pod kątem właściwości biologicznych. Analizy polegały na określeniu jakości przylegania komórek eukariotycznych, cytotoksyczności, aktywacji układu krzepnięcia oraz odpowiedzi immunologicznej powierzchni. Powłoki przed i po testach mechanicznych oraz biologicznych poddane zostały kompleksowej charakterystyce mikrostrukturalnej przy wykorzystaniu dyfrakcji rentgenowskiej (XRD) oraz skaningowej i transmisyjnej mikroskopii elektronowej (odpowiednio SEM i TEM). Preparatyka cienkich folii do obserwacji TEM przeprowadzona została za pomocą najnowocześniejszej techniki tzw. techniki FIB (zogniskowana wiązka jonów galu; ang. Focused Ion Beam) razem z mikromanipulatorem in-situ. Za pomocą tej metody uzyskano cienkie folie dokładnie z miejsca zainteresowania. Przeprowadzona kompleksowa charakterystyka umożliwiła wytworzenie materiałów o optymalnych bio-tribologicznych właściwościach. Uzyskane wyniki badań potwierdziły postawioną na początku pracy tezę: „*Multidyscyplinarna*

charakterystyka wielowarstwowo- nanokompozytowych powłok ochronnych, pozwala na dobór optymalnych parametrów wytwarzania powłok na podłożu kompozytu wzmacnianego włóknami węglowymi
".

Abstract

Carbon Fiber Composites (CFC) are lightweight materials of high strength, fatigue resistance and stiffness. CFC are widely used in various fields of industry, such as medicine, aircrafts or electronics. The disadvantage of these materials is fact that they degrade in elevated temperatures. One of the solution to this problem is to deposit protective coating on the composite surface. In the presented work, multilayer, nanocomposite, coatings were deposited on the CFC surfaces by the application of the hybrid PLD technique (Pulsed Laser Deposition supported by magnetron sputtering). Coatings consisted of two parts: the inner one (first from the substrate) and the outer one (having a contact with the environment). The inner part formed a chromium/chromium nitride (Cr/Cr2N) multilayer. Its role was to compensate residual stress throughout the total coating as well as to increase adhesion force to the substrate. The outer part was based on a hydrogenated, amorphous carbon (a-C:H), gradually implanted by nanoparticles of the chromium carbides (Cr23C6). This part was responsible for the mechanical properties increase and for the adequate

biocompatibility. Coatings were subjected to the complex mechanical diagnostics. They were based on indentation, scratch adhesion and ball-on-disc wear tests. The tests were performed in ambient as well as in elevated temperatures. Due to the potential application of such kind of materials i.e. on surgical tools, the biological properties were characterized. The analysis were based on the adhesion quality of eukaryotic cells to coatings surfaces, cytotoxicity, activation of coagulation systemand on the immune response The microstructure of the as-deposited coatings as well as after mechanical and biological tests was analyzed using X-ray diffraction (XRD) as well as scanning and transmission electron microscopy techniques (SEM and TEM respectively). Thin foils for TEM observations were prepared using the newest preparation technique, so- called FIB technique (Focus Ion Beam) equipped with an in- situ lift- out system. It allowed to prepare foils directly from places of interest. Complex characterization allowed to produce materials with optimal bio-tribological properties. The obtained research results confirmed the hypothesis: "*Multidisciplinary characterization of multilayer nanocomposite protective coatings allows for the selectionof optimum parameters for the production of coatingson substrate reinforced by carbon fibers*
".

Recenzja - prof. M. Kaczmarek

Recenzja - prof. T. Moskalewicz