

BIOZGODNE POWŁOKI NA BAZIE TiN WYTWORZONE NA PODŁOŻU METALICZNYM I NIEMETALICZNYM Z WYKORZYSTANIEM ABLACJI LASEROWEJ

ROMAN MAJOR*, ELŻBIETA CZARNOWSKA**, AGNIESZKA SOWIŃSKA**, ROMAN KUSTOSZ***, JÜRGEN M.LACKNER****, WOLFGANG WALDHAUSER****, MICHAŁ WOŹNIAK****, WALDEMAR MRÓZ*****, TADEUSZ WIERZCHON*****, BOGUSŁAW MAJOR*

*INSTYTUT METALURGII I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
POLSKIEJ AKADEMII NAUK W KRAKOWIE

**CENTRUM ZDROWIA DZIECKA, ODDZIAŁ PATOLOGII, WARSZAWA

***FUNDACJA ROZWOJU KARDIOCHIRURGII,
INSTYTUT PROTEZ SERCA

****JOANNEUM RESEARCH FORSCHUNGSGESELLSCHAFT MBH, ,
LASER CENTER LEOBEN, LEOBEN, AUSTRIA

*****WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,

POLITECHNIKA WARSZAWSKA, WARSZAWA

*****INSTYTUT OPTOELEKTRONIKI,

WOJSKOWA AKADEMIA TECHNICZNA, WARSZAWA

[Inżynieria Biomateriałów, 38-43, (2004), 66-68]

Powłoki TiN wytworzone zostały na tytanie metalicznym z wykorzystaniem osadzania laserem impulsowym tzw. metodą PLD bazująca na ablacji laserowej tarczy tytanowej. Układ do osadzania oparty był o laser typu Nd:YAG pracujący na podstawowej harmonicznej 1064 nm. Do komory reakcyjnej wprowadzano atmosferę azotową stosując przepływ 30sccm. Przedmiotem badań była struktura analizowana metodą dyfrakcji rentgenowskiej (XRD), morfologia powierzchni z wykorzystaniem mikroskopu sił atomowych (AFM) oraz mikrostruktura badana na przekroju poprzecznym metodą transmisyjnej mikroskopii elektronowej (TEM). Przeprowadzone zostały pomiary tekstury krystalograficznej metodą rentgenograficzną oraz wartości naprężeń własnych w podłożu i osadzonej warstwie.

Analizowano wpływ szorstkości powierzchni podłoża tytanowego na pojawiającą się teksturę krystalograficzną i jej dziedziczenie do warstwy oraz poziom naprężeń własnych w podłożu i warstwie. Trzy rodzaje materiałów o różnej chropowatości wytypowane zostały do badań: blacha o powierzchni po walcowaniu o średniej chropowatości 0.9229 mm, o powierzchni po mechanicznym szlifowaniu na papierach wodnych, chropowatość średnia 0.6409 mm i mechanicznym polerowaniu o średniej chropowatości 0.3483 mm (RYS. 1).

W pierwszym przypadku, gdzie warstwę osadzono na podłożu nie obrabiane mechanicznie, stwierdzono osiowy charakter tekstury zarówno w podłożu jak i w warstwie. Maksyma występują w tych samych miejscach co może świadczyć o dobrej dziedziczności tekstury podłoża przez teksturę warstwy. Orientacja warstwy osadzonej na podłożu szlifowane jest silna mimo silnego zaburzenia tekstury podłoża. W trzecim przypadku, tekstura podłoża jest osiowa, dobrze dziedziczona przez teksturę warstwy. Zastosowanie detektora pozycyjnie czułego, pozwoliło wykreślić figu-

BIOCOMPATIBLE TiN BASED COATINGS ON METALLIC TITANIUM SUBSTRATE PRODUCED BY LASER ABLATION

ROMAN MAJOR*, ELŻBIETA CZARNOWSKA**, AGNIESZKA SOWIŃSKA**, ROMAN KUSTOSZ***, JÜRGEN M.LACKNER****, WOLFGANG WALDHAUSER****, MICHAŁ WOŹNIAK****, WALDEMAR MRÓZ*****, TADEUSZ WIERZCHON*****, BOGUSŁAW MAJOR*

*INSTITUTE OF METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE
POLISH ACADEMY OF SCIENCES, CRACOW, POLAND

**THE CHILDREN,S MEMORIAL HEALTH INSTITUTE,
PATHOLOGY DEPARTMENT, WARSAW, POLAND

***FOUNDATION OF CARDIAC SURGARY DEVELOPMENT,
ZABRZE, POLAND

**** JOANNEUM RESEARCH FORSCHUNGSGESELLSCHAFT MBH, ,
LASER CENTER LEOBEN, LEOBEN, AUSTRIA

*****MATERIALS ENGINEERING FACULTY,
WARSAW UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, WARSAW, POLAND

*****INSTITUTE OF OPTOELECTRONIC

MILITARY UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, WARSAW, POLAND

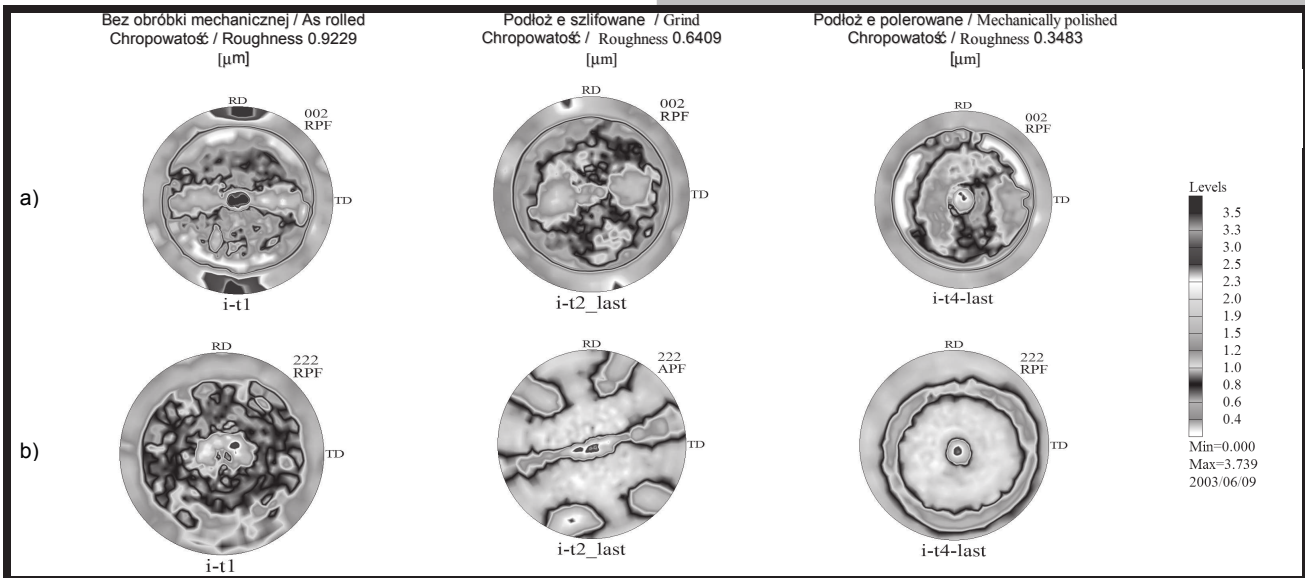
[Engineering of Biomaterials, 38-43, (2004), 66-68]

TiN coatings on metallic titanium were produced by pulsed laser deposition using a system working with a Nd:YAG laser for ablation of titanium target. Nitrogen environment was applied in the reactive chamber in flow of 30sccm. Structure examinations X-ray diffraction (XRD), atomic force microscopy (AFM) and transmission electron microscopy (TEM) were performed to study surface morphology (AFM) and microstructure of the cross-section (TEM) as well as crystallographic texture and residual stresses (XRD).

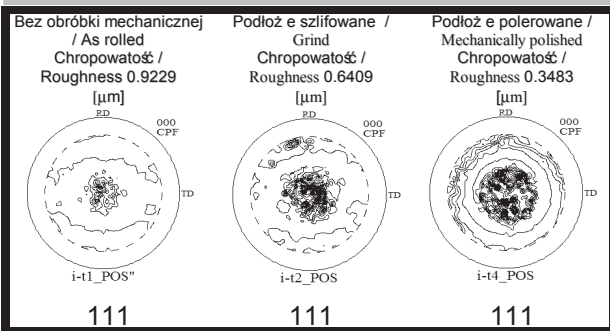
Contribution of roughness of the metallic titanium sheet to the developed crystallographic texture and its generation by the layer as well as the residual stress in the substrate and the deposited layer was examined. Three materials were under examination i.e. not treated surface of the titanium sheet just after rolling with average roughness 0.9229 mm, mechanically ground, roughness 0.6409 mm and mechanically polished roughness 0.3483 mm (FIG. 1). The heritage of the crystallographic texture in the substrate and the deposited layer was discussed.

Texture in the substrate in all cases are different and it could cause on the texture of the layer. In the first case when the TiN was deposited on as rolled substrate with 0.9229 mm roughness the maximas of the substrate and the layer are in the same position. The character of both pole figures is axial and well generated. In the second layer the orientation is strong in spite of the high disturbance of the orientation of the substrate. No generation is observed. The texture character of the TiN layer deposited on mechanically polished substrate (roughness 0.3483 mm) is axial, similar to the substrate. Inheritance is good. Application the position sensitive detector allows to draw pole figures of residual stress distribution (FIG. 2).

The most uniform and isotropic stress distribution was observed for the layer deposited on the substrate with the lowest roughness. The type of the stress distribution is axial. Variation of the compressive residual stress in the range of



RYS. 1. Figury biegunowe tekstury podłoża tytanowego a.) warstwy TiN b.)
 FIG. 1. Pole figures of the titanium texture a.) and TiN coating b.)



RYS. 2. Figury biegunowe rozkładu naprężeń własnych w warstwie.
 FIG. 2. Residual stress distribution in the layer.

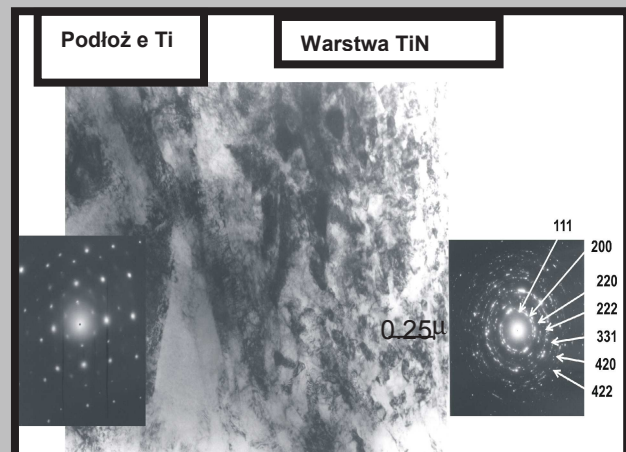
ry biegunowe rozkładu naprężeń w warstwie (RYS. 2). Najbardziej równomierny i izotropowy rozkład naprężeń własnych stwierdzono w trzecim przypadku, dla warstw osadzonych na podłożu o najniższej chropowatości. Stwierdzono silny wpływ tekstury podłoża na teksturę warstwy i rozkład naprężeń własnych w warstwie.

Makro naprężenia własne w warstwie TiN w zależności od stanu podłoża kształtowały się na poziomie -4 do -10 GPa. Analiza cienkich folii na elektronowym mikroskopie transmisyjnym wykazała ciągłe przejście od nanokrystalicznej struktury powłoki TiN do polikrystalicznego tytanu stanowiącego podłoże (RYS. 3).

Pierścieniowy charakter dyfrakcji elektronowych uzyskanych za techniki pomocą "selected area diffraction" dowodzi nanokrystalicznemu charakterowi naniesionej warstwy, co może wpłynąć na równomierny rozkład krystalitów w warstwie.

Podsumowanie

Powłoki azotku tytanu są przewidziane do zastosowania do komór w pełni implantowalnego sztucznego serca. Chorym z przewlekłą lub nieodwracalną niewydolnością serca niezbędne jest wspomaganie serca przez okres kilku lub kilkunastu lat - docelowo permanentnie - z zagwarantowaniem życia w warunkach domowych oraz możliwością czyn-



RYS. 3. Mikrostruktura TEM azotku tytanu osadzonego na tytanie.
 FIG. 3. TEM microstructure TiN deposited on Ti.

4 to 10 GPa measured in the TiN coating was stated in respect to the surface state. Thin foil examination on TEM revealed a blurred character between the nanocrystalline deposited TiN coating to the polycrystalline metallic titanium (FIG. 3).

Electron diffraction pattern achieved by selected area diffraction technique revealed nanocrystalline structure of the layer deposited on metallic which could be associated with the uniform distribution of the particles. In the samples with Ti substrate the interlayer has a blurred character from the TiN coating to the substrate, which could confirm good adhesion.

Concluding

Titanium nitride layers will be potentially used for the implantable chambers of the ventricle assist device. People who suffer from the heart dysfunctions need to be supported by artificial heart supply for the period of the few months. The intended target is to build such device which would be implanted permanently and which would allow a

nej pracy zawodowej i rekreacji. Wymagania takie spełniają jedynie implantowalne protezy serca. Jest to urządzenie wszczepiane całkowicie (wraz z napędem i baterią) do ciała pacjenta. W przypadku materiałów kontaktujących się z krwią niezbędne jest zagwarantowanie odpowiedniego stopnia chropowatości powierzchni. Jest to konieczne dla formowania się naturalnej warstwy proteinowej, czyli akceptacji biomateriału przez organizm. Z dotychczasowych prac i uzyskanego doświadczenia wynika, że metoda PLD umożliwia sterowanie chropowatością powierzchni i jej zoptymalizowania.

Podziękowanie

Praca finansowana w ramach projektu badawczego: PBZ-KBN-082/T08/2002/

Piśmiennictwo

- [1] E. Czarnowska, T. Wierzchoń, et al.: J of Mat. Sci.: Materials in medicine 11 (2000) 73.
 [2] B. Major, R. Ebner, T. Wierzchoń, W. Mroz, W. Waldhauser, R. Major, M. Wozniak; Thin layers of TiN fabricated on metallic titanium and polyurethane by pulsed laser deposition; Anals of Transplantation; in press.

patient close to normal existence. Such requirements are covered by the implantable heart prostheses. When blood comes in contact with biomaterial surface it is necessary to guarantee a degree of the roughness. It is necessary to form natural biolayer formed by blood proteins. The summary that the PLD method allows to control the surface roughness follows from the current experience and achieved results.

Acknowledgement

The work was supported by the State Committee for Scientific Research of Poland under Project: PBZ-KBN-082/T08/2002/

References

- [3] J.M. Lackner, W. Waldhauser, W. Lenz, R. Ebner, B. Major, T. Schöberl; Structural and tribological characterization of pulsed laser deposited TiN thin films; Thin Solid Films xx(2003)xxx; preprint.

WIELOWARSTWOWE POWŁOKI TRIBOLOGICZ- NE TYPU Ti/TiN ORAZ Cr/CrN WYTWORZONE NA DRODZE ABLACJI LASE- ROWEJ DO ZASTOSO- WAŃ WE WSPOMAGAJĄ- CEJ APARATURZE MEDYCZNEJ

ŁUKASZ MAJOR*, JÜRGEN M.LACKNER**, JERZY MORGIEL*,
ROMAN KUSTOSZ***, TADEUSZ WIERZCHOŃ****,
BOGUSŁAW MAJOR*

*INSTYTUT METALURGII I INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ
PAN W KRAKOWIE

**JOANNEUM RESEARCH FORSCHUNGSGESELLSCHAFT MBH,
LASER CENTER LOEBEN, LOEBEN, AUSTRIA

***FUNDACJA ROZWOJU KARDIOCHIRURGII W ZABRZU

****WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ

POLITECHNIKI WARSZAWSKIEJ

[Inżynieria Biomateriałów, 38-43, (2004), 68-70]

Perspektywę rozwoju powłok tribologicznych nowej generacji stanowią gradientowe materiały funkcjonalne. W pojedynczych warstwach tribologicznych generowane są zazwyczaj wysokie naprężenia własne prowadzące niejednokrotnie do pojawiania się mikropęknięć. Jednym ze sposobów uniknięcia tego bardzo niekorzystnego zjawiska jest redukcja naprężeń poprzez zastosowanie warstw pośred-

TRIBOLOGICAL MULTILAYERS OF Ti/TiN AND Cr/CrN TYPE PRODUCED BY LASER ABLATION FOR APPLICATION IN ASSISTED MEDICAL EQUIPMENT

ŁUKASZ MAJOR*, JÜRGEN M.LACKNER**, JERZY MORGIEL*,
ROMAN KUSTOSZ***, TADEUSZ WIERZCHOŃ****,
BOGUSŁAW MAJOR*

*INSTITUTE OF METALLURGY AND MATERIALS SCIENCE
POLISH ACADEMY OF SCIENCES, CRACOW, POLAND

**JOANNEUM RESEARCH FORSCHUNGSGESELLSCHAFT MBH,
LASER CENTER LOEBEN, LOEBEN, AUSTRIA

***FOUNDATION OF CARDIAC SURGERY DEVELOPMENT,
ZABRZE, POLAND

****MATERIALS ENGINEERING FACULTY,
WARSAW UNIVERSITY OF TECHNOLOGY, WARSAW, POLAND

[Engineering of Biomaterials, 38-43, (2004), 68-70]

Perspective development of tribological coatings of new generation seems to be expected in functionally gradient materials. Appearing high value of stress in monolayer tribological coatings leads in many cases to micro-cracks formation. One of elimination methods of this disadvantage is expectation in stress reduction due to interlayer application of super-elastic material which separates super-hard layers and could moreover block cracks propagation during