



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 111908935 B

(45) 授权公告日 2022.12.09

---

(21) 申请号 202010159552.2	(51) Int.Cl.
(22) 申请日 2020.03.10	C04B 35/83 (2006.01)
(65) 同一申请的已公布的文献号	C04B 35/80 (2006.01)
申请公布号 CN 111908935 A	A61B 17/68 (2006.01)
(43) 申请公布日 2020.11.10	A61B 17/86 (2006.01)
(66) 本国优先权数据	C04B 35/84 (2006.01)
202010059476.8 2020.01.19 CN	C04B 41/89 (2006.01)
(73) 专利权人 湖南碳康生物科技有限公司	审查员 赵栖
地址 410000 湖南省长沙市长沙高新开发	
区汇智中路169号金导园一期工业厂	
房A区7栋104号	
(72) 发明人 谭周建 张翔 王斌 刘波	
(74) 专利代理机构 长沙市融智专利事务所(普	
通合伙) 43114	
专利代理师 张伟 魏娟	权利要求书1页 说明书6页 附图2页

---

(54) 发明名称

一种碳基复合材料接骨螺钉及其制备方法

(57) 摘要

本发明公开了一种碳基复合材料接骨螺钉及其制备方法,该接骨螺钉包括螺帽和螺杆,接骨螺钉的基体由碳/碳/碳化硅复合材料构成,基体表面涂覆DLC涂层。接骨螺钉是利用碳纤维织物为原料,通过增密基体碳、机加工、增密基体碳化硅、高温处理及沉积DLC涂层等工艺步骤制成。该接骨螺钉具有轻质、生物相容性好、力学性能优异的特点,且制备过程简单、操作性强,有利于工业化批量生产。

1. 一种碳基复合材料接骨螺钉,包括螺帽和螺杆,其特征在于:所述接骨螺钉的基体由碳/碳/碳化硅复合材料构成,基体表面涂覆DLC涂层;所述基体与DLC涂层之间设有PyC涂层;所述DLC涂层厚度为100nm~3 $\mu$ m;所述PyC涂层厚度为5 $\mu$ m~50 $\mu$ m。

2. 根据权利要求1所述的一种碳基复合材料接骨螺钉,其特征在于:所述碳/碳/碳化硅复合材料包括基体碳和基体碳化硅以及由碳纤维布与碳纤维网交叉叠层复合而成的碳纤维材料。

3. 权利要求1~2任一项所述的一种碳基复合材料接骨螺钉的制备方法,其特征在于:包括以下步骤:

1) 将多层碳纤维布与多层碳纤维网交叉叠层针刺复合,得到碳纤维预制体;

2) 碳纤维预制体增密基体碳,得到碳/碳坯料;

3) 碳/碳坯料经过机加工制成碳/碳螺钉;

4) 在碳/碳螺钉上增密基体碳化硅,得到碳/碳/碳化硅螺钉;

5) 碳/碳/碳化硅螺钉经过高温处理;

6) 先在高温处理过的碳/碳/碳化硅螺钉表面生成PyC涂层,再沉积DLC涂层。

4. 根据权利要求3所述的一种碳基复合材料接骨螺钉的制备方法,其特征在于:

所述碳纤维布为1k、3k、6k或12k无纬碳纤维布,碳纤维布分为0°和90°排列,0°排列长碳纤维数量大于90°排列;所述碳纤维网的面密度为10g/m<sup>2</sup>~60g/m<sup>2</sup>。

5. 根据权利要求3所述的一种碳基复合材料接骨螺钉的制备方法,其特征在于:

所述碳纤维预制体的体积密度为0.4g/cm<sup>3</sup>~0.6g/cm<sup>3</sup>;

所述碳/碳坯料的体积密度为1.4g/cm<sup>3</sup>~1.7g/cm<sup>3</sup>。

6. 根据权利要求3所述的一种碳基复合材料接骨螺钉的制备方法,其特征在于:

所述增密基体碳采用化学气相沉积工艺或浸渍-裂解工艺;

所述增密基体碳化硅采用化学气相沉积工艺或浸渍-裂解工艺。

7. 根据权利要求3所述的一种碳基复合材料接骨螺钉的制备方法,其特征在于:

所述碳/碳坯料在机加工制成碳/碳螺钉过程中碳/碳螺钉的轴向沿0°碳纤维布方向。

8. 根据权利要求3所述的一种碳基复合材料接骨螺钉的制备方法,其特征在于:

所述PyC涂层通过化学气相沉积生成,生成条件:采用气体碳源,在900℃~1500℃温度下沉积10h~100h;

所述DLC涂层通过磁控溅射或等离子增强化学气相沉积生成;

所述磁控溅射生成DLC的条件:真空度为1 $\times$ 10<sup>-1</sup>Pa~5 $\times$ 10<sup>-1</sup>Pa;工件负偏压:10V~200V;Ar流量:50sccm~120sccm;离子源功率:0.5kW~5kW;石墨靶功率:1kW~3kW,石墨靶纯度为99.99wt%;加热温度:80℃~200℃;沉积时间:1h~12h;所述等离子增强化学气相沉积生成DLC的条件:真空度为1 $\times$ 10<sup>-1</sup>Pa~5 $\times$ 10<sup>-1</sup>Pa;工件负偏压:10V~200V;Ar流量:50sccm~120sccm;离子源功率:0.5kW~5kW;烃类气体流量:10sccm~500sccm;加热温度:80℃~300℃;沉积时间:1h~12h。

## 一种碳基复合材料接骨螺钉及其制备方法

### 技术领域

[0001] 本发明涉及一种接骨螺钉,具体涉及一种碳基复合材料接骨螺钉及其制备方法,属于生物医用材料技术领域。

### 背景技术

[0002] 接骨螺钉在临床上大量使用,大多为具有较高力学性能金属材料,如不锈钢、钛及钛合金等,其与自体骨的弹性模量差异会在植入部位发生应力遮挡效应,引起骨质疏松,一般需要经过二次手术取出,增加患者的痛苦。临床上也有利用可降解的高分子聚合物材料制备螺钉的方案,但因高分子材料力学性能不佳,所制螺钉不但体积大,而且在拧紧时容易因扭矩小而导致螺钉破裂,而且降解产物会导致局部酸性过强,不具备显影效果,严重影响使用效果。也有开发可降解镁及其合金螺钉用于骨科内固定也存在一定问题,如其降解速率比骨生长速率快而导致固定失效,腐蚀产生大量氢气聚集引发炎症等。

[0003] 碳材料具有很好的生物相容性,已在心脏瓣膜、骨骼、生长支架、肿瘤药物、生物传感器等方面得到应用。特别是碳基复合材料具有质量轻、化学稳定性好、机械性能与人体骨相近、抗疲劳性好、可设计性强、具有一定的塑性等特点,被视为骨科植入的理想材料。但是,中国专利(CN 108577957A)仅设计成接骨板,临床使用时,还需配合金属螺钉,必然存在适配性问题。也有将碳基复合材料开发成工业用紧固件,如CN201410712327.1、CN201711174889.5等,存在丝扣硬度低,小尺寸规格强度低,不适用于接骨螺钉的使用要求。

### 发明内容

[0004] 针对现有技术存在的问题,本发明的第一个目的是在于提供一种轻质、生物相容性好、力学性能优异的碳基复合材料接骨螺钉。

[0005] 本发明的第二个目的是在于提供一种步骤简单、易于操作的制备碳基复合材料接骨螺钉的方法。

[0006] 本发明提供了一种碳基复合材料接骨螺钉,包括螺帽和螺杆,所述接骨螺钉的基体由碳/碳/碳化硅复合材料构成,基体表面涂覆DLC涂层。

[0007] 本发明提供的接骨螺钉主体材料为碳基复合材料,具有轻质、力学性能较好的特点,如最大扭矩 $\geq 0.3\text{N}\cdot\text{M}$ ,断裂扭转角 $\geq 20^\circ$ ,且弹性模量与自体骨相当,长期植入无应力遮挡效应隐患,而表面的DLC涂层赋予了接骨螺钉良好的生物相容性,且硬度高,耐磨性好,可有效阻挡内层碳基复合材料基体脱落扩散,避免抑制组织新生。

[0008] 优选的方案,所述基体与DLC涂层之间设有PyC涂层。DLC涂层为类金刚石涂层。PyC过渡层为热解碳层。本发明通过设置PyC涂层可做作为均质层,有利于DLC涂层的沉积,为高硬度的碳化硅和DLC层提供韧性过渡层,而且可以改善DLC涂层的结合能力,以及提升碳层(包括PyC和DLC)的厚度,在一般的条件下大厚度的DLC涂层难实现,而通过PyC涂层过渡,可以明显改善该缺陷。

[0009] 较优选的方案,所述DLC涂层厚度为100nm~3 $\mu$ m。

[0010] 较优选的方案,所述PyC涂层厚度为5 $\mu$ m~50 $\mu$ m。通过设置PyC涂层后,可以明显提高DLC涂层的可生成厚度和均匀性,同时可以提高DLC涂层与碳基复合材料的结合能力。

[0011] 优选的方案,所述碳/碳/碳化硅复合材料包括基体碳和基体碳化硅以及由碳纤维布与碳纤维网交叉叠层复合而成的碳纤维材料。

[0012] 本发明还提供了一种碳基复合材料接骨螺钉的制备方法,其包括以下步骤:

[0013] 1) 将多层碳纤维布与多层碳纤维网交叉叠层针刺复合,得到碳纤维预制体;

[0014] 2) 碳纤维预制体增密基体碳,得到碳/碳坯料;

[0015] 3) 碳/碳坯料经过机加工制成碳/碳螺钉;

[0016] 4) 在碳/碳螺钉上增密基体碳化硅,得到碳/碳/碳化硅螺钉;

[0017] 5) 碳/碳/碳化硅螺钉经过高温处理;

[0018] 6) 在高温处理过的碳/碳/碳化硅螺钉表面沉积DLC涂层,或者先在高温处理过的碳/碳/碳化硅螺钉表面生成PyC涂层,再沉积DLC涂层。

[0019] 优选的方案,所述碳纤维布为1k、3k、6k或12k无纬碳纤维布(k表示一千根),碳纤维布分为0°和90°排列,0°排列长碳纤维数量大于90°排列。

[0020] 优选的方案,所述碳纤维网的面密度为10g/m<sup>2</sup>~60g/m<sup>2</sup>。

[0021] 本发明的碳纤维预制体的制备主要利用碳纤维布与碳纤维网交叉叠层针刺复合,碳纤维布主要由长纤维构成,碳纤维含量高,主要提供强度支持,而碳纤维网为短纤维构成,其利用其短纤维穿入碳纤维布中,起到铆接作用,从而有利于碳纤维布通过交叉叠层复合形成具有较好力学性能预制体。

[0022] 优选的方案,所述碳纤维预制体体积密度为0.4g/cm<sup>3</sup>~0.6g/cm<sup>3</sup>。

[0023] 优选的方案,所述碳/碳坯料体积密度为1.4g/cm<sup>3</sup>~1.7g/cm<sup>3</sup>。通过增密碳后坯料的体积密度明显提高。

[0024] 优选的方案,所述增密基体碳采用化学气相沉积工艺或浸渍-裂解工艺。

[0025] 本发明的化学气相沉积工艺生成基体碳:将碳纤维预制体放入沉积炉中,在850℃~1300℃温度下,通入的含碳气源(天然气、甲烷或丙烯等,氮气或氢气为稀释气体,碳源气体与稀释气体的流量比为1:0~2),沉积时间为10h~200h。

[0026] 本发明的浸渍-裂解工艺生成基体碳:碳纤维预制体经过树脂(呋喃、酚醛和糠酮等)或沥青(石墨沥青、煤沥青)真空加压浸渍、固化处理、裂解(树脂:900℃~1050℃,常压;沥青:750℃~850℃,50MPa~200MPa)等致密化工艺。浸渍压力为1.0MPa~5.0MPa,浸渍时间为2h~10h;固化温度为160℃~230℃,固化时间为10h~50h;裂解时间为2h~20h。

[0027] 优选的方案,所述增密基体碳化硅采用化学气相沉积工艺或浸渍-裂解工艺。

[0028] 本发明的化学气相沉积工艺生成基体碳化硅:将碳/碳螺钉放入沉积炉中,在900℃~1300℃温度下,通入的气源(三氯甲基硅烷,氢气为载气和稀释气体,三氯甲基硅烷与氢气的流量比为1:1~10),沉积时间为10h~100h。

[0029] 本发明的浸渍-裂解工艺生成基体碳化硅:碳/碳螺钉经过含硅前驱体(聚碳硅烷PCS、聚甲基硅烷PMS)真空加压浸渍、固化处理、裂解等致密化工艺。浸渍压力为1.0MPa~5.0MPa,浸渍时间为2h~10h;固化温度为160℃~230℃,固化时间为10h~50h;裂解温度为800℃~1150℃,时间为2h~20h;陶瓷化温度为1200℃~1600℃,时间为2h~10h。

[0030] 优选的方案,所述碳/碳坯料在机加工制成碳/碳螺钉过程中碳/碳螺钉的轴向沿 $0^{\circ}$ 碳纤维布方向。取向性加工是为了保障力学性能, $0^{\circ}$ 长纤维排列多,轴向沿 $0^{\circ}$ 是为了保障纤维在长度上减少破损。

[0031] 优选的方案,所述PyC涂层通过化学气相沉积生成,生成条件:采用气体碳源,在 $900^{\circ}\text{C}\sim 1500^{\circ}\text{C}$ 温度下沉积 $10\text{h}\sim 100\text{h}$ 。

[0032] 优选的方案,所述DLC涂层通过磁控溅射或等离子增强化学气相沉积生成。

[0033] 较优选的方案,所述磁控溅射生成DLC的条件:真空度为 $1\times 10^{-1}\text{Pa}\sim 5\times 10^{-1}\text{Pa}$ ;工件负偏压: $10\text{V}\sim 200\text{V}$ ;Ar流量: $50\text{sccm}\sim 120\text{sccm}$ ;离子源功率: $0.5\text{kW}\sim 5\text{kW}$ ;石墨靶功率: $1\text{kW}\sim 3\text{kW}$ ,石墨靶纯度为 $99.99\text{wt}\%$ ;加热温度: $80^{\circ}\text{C}\sim 200^{\circ}\text{C}$ ;沉积时间: $1\text{h}\sim 12\text{h}$ 。

[0034] 较优选的方案,所述等离子增强化学气相沉积生成DLC条件:真空度为 $1\times 10^{-1}\text{Pa}\sim 5\times 10^{-1}\text{Pa}$ ;工件负偏压: $10\text{V}\sim 200\text{V}$ ;Ar流量: $50\text{sccm}\sim 120\text{sccm}$ ;离子源功率: $0.5\text{kW}\sim 5\text{kW}$ ;烃类气体(如 $\text{CH}_4$ 、 $\text{C}_2\text{H}_2$ )流量: $10\text{sccm}\sim 500\text{sccm}$ ;加热温度: $80^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ ;沉积时间: $1\text{h}\sim 12\text{h}$ 。

[0035] 本发明技术方案在碳基复合材料接骨螺钉制备过程中通过先增密碳,进行机加工后,再增密碳化硅,主要是基于碳比碳化硅更容易加工,可以保证预制体具有一定强度,有利于后续的机加工过程,通过机加工后,在预加工丝扣上增密碳化硅,碳化硅强度高,有利于丝扣表层增密的一致性,保障丝扣强度。且碳质软,而碳化硅质硬,通过硬质碳化硅和外部DLC涂层,保证螺钉的整体刚性和丝扣的强度。

[0036] 本发明的高温处理过程主要是起调制与纯化作用。具体过程为:在温度为 $1500^{\circ}\text{C}\sim 2300^{\circ}\text{C}$ 条件下,保温 $1\text{h}\sim 10\text{h}$ 。

[0037] 本发明的碳纤维预制体的制备过程中碳纤维布与碳纤维网的层数根据实际加工过程中的所需要的厚度进行调整,这是本领域技术人员可以理解的。

[0038] 相对现有技术,本发明申请技术方案带来的有益技术效果:

[0039] 1) 本发明提供的接骨螺钉由碳基复合材料制成,具有轻质、生物相容性好,力学性能较好,最大扭矩 $\geq 0.3\text{N}\cdot\text{M}$ ,断裂扭转角 $\geq 20^{\circ}$ 。

[0040] 2) 本发明提供的接骨螺钉弹性模量( $20\text{GPa}\sim 30\text{GPa}$ )与自体骨相当,长期植入无应力遮挡效应隐患。

[0041] 3) 本发明提供的接骨螺钉表面的DLC涂层,具有良好的生物相容性,硬度高,耐磨性好,且可有效阻挡内层基体碳或碳化硅脱落扩散,避免抑制组织新生。

[0042] 4) 本发明提供的接骨螺钉通过设计高比例的轴向纤维排列,结合硬质的碳化硅和DLC与软质的碳,保证了螺钉的整体刚性和丝扣的强度,在预加工丝扣上致密碳化硅,保障了丝扣性能的一致性。

[0043] 5) 本发明的接骨螺钉的制备过程简单、操作性强,有利于工业化生产。

## 附图说明

[0044] 图1为实施例2制备的碳基复合材料接骨螺钉的实物图;

[0045] 图2为实施例2制备的碳基复合材料接骨螺钉过程中沉积碳化硅后截面图及表面图;

[0046] 图3为实施例2制备的碳基复合材料接骨螺钉过程中沉积DLC涂层后截面图及表面图。

## 具体实施方式

[0047] 以下实施例旨在进一步说明本发明内容,而不是限制本发明权利要求的保护范围。

### [0048] 实施例1

[0049] (1) 预制体制备:将60g/m<sup>2</sup>的1k碳纤维无纬布与10g/m<sup>2</sup>碳纤维网交叉叠层,叠加厚度达到加工螺钉的所需厚度,逐层针刺制成碳纤维预制体,无纬布中碳纤维沿0°排列是90°排列的两倍,碳纤维预制体体积密度0.4g/cm<sup>3</sup>;

[0050] (2) 碳纤维预制体增密基体碳制成碳/碳坯料:将碳纤维预制体放入沉积炉中,在1200℃温度下,通入天然气,氮气为稀释气体,天然气与稀释气体流量比为1:1,经过裂解后,沉积在碳纤维坯料中,制备成体积密度为1.4g/cm<sup>3</sup>的碳/碳坯料。

[0051] (3) 碳/碳坯料机加工成碳/碳螺钉(经过切割、攻铰形成螺钉),加工过程使螺钉轴向沿0°方向;

[0052] (4) 在碳/碳螺钉上增密基体碳化硅制成碳/碳/碳化硅螺钉:将碳/碳螺钉放入沉积炉中,在1200℃温度下,通入的气源(三氯甲基硅烷,氢气为载气和稀释气体,三氯甲基硅烷与氢气的流量比为1:5),经过裂解40h后,制备成碳/碳/碳化硅螺钉坯体。

[0053] (5) 高温处理:碳/碳/碳化硅螺钉坯体在温度为1800℃温度条件下,保温5h。

[0054] (6) 最后表面沉积DLC涂层,得到碳基复合材料接骨螺钉。DLC涂层厚度约为1μm。采用磁控溅射制备DLC涂层,工艺参数为:真空度 $3 \times 10^{-1}$ Pa;工件负偏压:30);Ar流量:50sccm;离子源功率:3kW;石墨靶功率:1kW,石墨靶纯度为99.99wt%;加热温度:100℃;沉积时间:6h。

[0055] 本实施例所述碳基复合材料接骨螺钉性能:弹性模量为30GPa,最大扭矩为0.4N·M,断裂扭转角为25°。

### [0056] 实施例2

[0057] (1) 预制体制备:将60g/m<sup>2</sup>的1k碳纤维无纬布与10g/m<sup>2</sup>碳纤维网交叉叠层,叠加厚度达到加工螺钉的所需厚度,逐层针刺制成碳纤维预制体,无纬布中碳纤维沿0°排列是90°排列的两倍,碳纤维预制体体积密度0.4g/cm<sup>3</sup>;

[0058] (2) 碳纤维预制体增密基体碳制成碳/碳坯料:将碳/碳坯料放入沉积炉中,在1100℃温度下,通入天然气,氮气为稀释气体,天然气与稀释气体流量比为1:1,经过裂解后,沉积在碳纤维坯料中,制备成体积密度为1.4g/cm<sup>3</sup>的碳/碳坯料坯料。

[0059] (3) 碳/碳坯料机加工成碳/碳螺钉(经过切割、攻铰形成螺钉),加工过程是螺钉轴向沿0°方向;

[0060] (4) 在碳/碳螺钉上增密基体碳化硅制成碳/碳/碳化硅螺钉:将碳/碳螺钉放入沉积炉中,在1200℃温度下,通入的气源(三氯甲基硅烷,氢气为载气和稀释气体,三氯甲基硅烷与氢气的流量比为1:5),经过裂解40h,制备成碳/碳/碳化硅螺钉坯体。

[0061] (5) 高温处理:碳/碳/碳化硅螺钉坯体在温度为1800℃温度条件下,保温5h。

[0062] (6) 制备PyC涂层;通过化学气相沉积生成,生成条件:采用气体碳源,在1200℃温度下沉积40h得到厚度为20μmPyC涂层。

[0063] (7) 最后表面沉积厚度约为1μm的DLC涂层,得到碳基复合材料接骨螺钉。采用磁控溅射制备DLC涂层,工艺参数为:真空度 $3 \times 10^{-1}$ Pa;工件负偏压:30);Ar流量:50sccm;离子源

功率:3kW;石墨靶功率:1kW,石墨靶纯度为99.99wt%;加热温度:100℃;沉积时间:6h。

[0064] 本实施例所述碳基复合材料接骨螺钉性能:弹性模量为28GPa,最大扭矩为0.45N·M,断裂扭转角为35°。

[0065] 实施例3

[0066] (1) 预制体制备:将120g/m<sup>2</sup>和100g/m<sup>2</sup>的两种3k碳纤维无纬布(数量比1:1),与20g/m<sup>2</sup>碳纤维网实施布网交叉叠层,叠加厚度达到加工螺钉的所需厚度,逐层针刺制成碳纤维预制体,其中120g/m<sup>2</sup>无纬布中碳纤维沿0°排列,100g/m<sup>2</sup>无纬布中碳纤维沿90°排列,碳纤维预制体体积密度0.5g/cm<sup>3</sup>;

[0067] (2) 碳纤维预制体增密基体碳制成碳/碳坯料:采用浸渍-裂解工艺生成基体碳:碳纤维预制体经过酚醛树脂真空加压浸渍、固化处理、裂解等致密化工艺。浸渍压力为4.0MPa,浸渍时间为6h;固化温度为200℃,固化时间为30h;热解温度1000℃,常压,裂解时间为10h,得到体积密度为1.5g/cm<sup>3</sup>的碳/碳坯料。

[0068] (3) 碳/碳坯料机加工成碳/碳螺钉(经过切割、攻铰形成螺钉),加工过程是螺钉轴向沿0°方向。

[0069] (4) 在碳/碳螺钉上增密基体碳化硅制成碳/碳/碳化硅螺钉:碳/碳螺钉经过含硅前驱体(聚碳硅烷PCS)真空加压浸渍、固化处理、裂解等致密化工艺。浸渍压力为4.0MPa,浸渍时间为80h;固化温度为230℃,固化时间为15h;裂解温度为900℃,时间为10h;陶瓷化温度为1400℃,时间为6h,得到碳/碳/碳化硅螺钉。

[0070] (5) 高温处理:碳/碳/碳化硅螺钉在温度为2000℃温度条件下,保温3h。

[0071] (6) 制备PyC涂层:通过化学气相沉积生成,生成条件:采用气体碳源,在1200℃温度下沉积80h,得到厚度为40μm的PyC涂层。

[0072] (7) 最后表面沉积厚度为2μm的DLC涂层,得到碳基复合材料接骨螺钉。

[0073] 采用PECVD制备DLC涂层,工艺参数为:真空度 $2 \times 10^{-1}$ Pa;工件负偏压:40V;Ar流量:60sccm;离子源功率:3kW;C<sub>2</sub>H<sub>2</sub>流量:150sccm;加热温度:200℃;沉积时间:12h。

[0074] 本实施例制备的碳基复合材料接骨螺钉性能:弹性模量为25GPa,最大扭矩为0.5N·M,断裂扭转角为42°。

[0075] 实施例4

[0076] (1) 预制体制备:将180g/m<sup>2</sup>的6k碳纤维无纬布和120g/m<sup>2</sup>的6k碳纤维无纬布(数量比1:1)与30g/m<sup>2</sup>碳纤维网实施布网交叉叠层,叠加厚度达到加工螺钉所需厚度,逐层针刺制成碳纤维预制体,其中180g/m<sup>2</sup>无纬布中碳纤维沿0°排列,120g/m<sup>2</sup>无纬布中碳纤维沿90°排列,碳纤维预制体体积密度0.5g/cm<sup>3</sup>。

[0077] (2) 碳纤维预制体增密基体碳制成碳/碳坯料;先化学气相沉积,再浸渍-裂解,生成基体碳:将碳纤维预制体放入沉积炉中,在1100℃温度下,通入甲烷,氮气为稀释气体,甲烷与氮气的流量比为1:2,裂解20h。再将碳纤维预制体经过煤沥青真空加压浸渍、固化处理、裂解等致密化工艺。浸渍压力为2.0MPa,浸渍时间为3h;固化温度为200℃,固化时间为20h;裂解温度为750℃,压力为100MPa,时间为4h,得到体积密度为1.7g/cm<sup>3</sup>的碳/碳坯料。

[0078] (3) 碳/碳坯料机加工成碳/碳螺钉(经过切割、攻铰形成螺钉),加工过程是螺钉轴向沿0°方向。

[0079] (4) 在碳/碳螺钉上增密基体碳化硅制成碳/碳/碳化硅螺钉:碳/碳螺钉经过含硅

前驱体(聚甲基硅烷PMS)真空加压浸渍、固化处理、裂解等致密化工艺。浸渍压力为5.0MPa,浸渍时间为8h;固化温度为180℃,固化时间为30h;裂解温度为1150℃,时间为10h;陶瓷化温度为1250℃,时间为5h,得到碳/碳/碳化硅螺钉。

[0080] (5) 高温处理:碳/碳/碳化硅螺钉在温度为2000℃温度条件下,保温3h。

[0081] (6) 制备PyC涂层:通过化学气相沉积生成,生成条件:采用气体碳源,在1100℃温度下沉积90h,得到厚度为50μm的PyC涂层。

[0082] (7) 最后表面沉积DLC涂层,得到碳基复合材料接骨螺钉。DLC涂层厚度2.5μm。

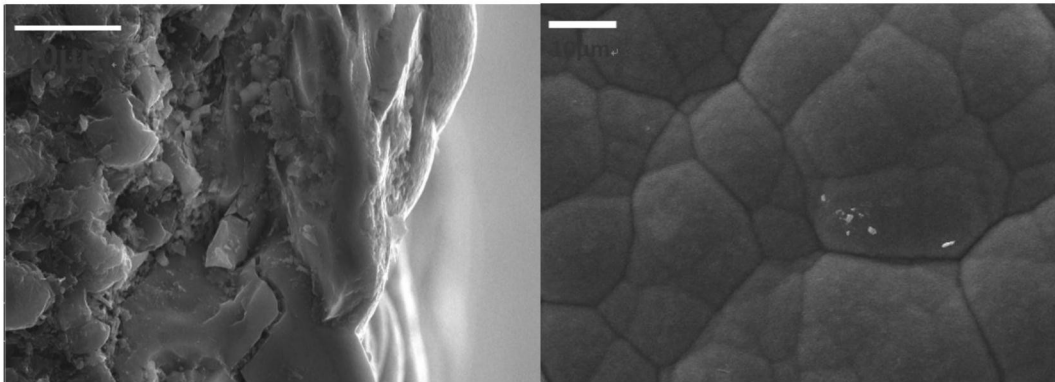
[0083] 采用等离子增强化学气相沉积制备DLC涂层,工艺参数为:真空度 $3 \times 10^{-1}$ Pa;工件负偏压:80V;Ar流量:60sccm;离子源功率:3kW; $C_2H_2$ 流量:350sccm;加热温度:200℃;沉积时间:12h。

[0084] 本实施例制备的碳基复合材料接骨螺钉性能:弹性模量为23GPa,最大扭矩为0.6N·M,断裂扭转角为48°。





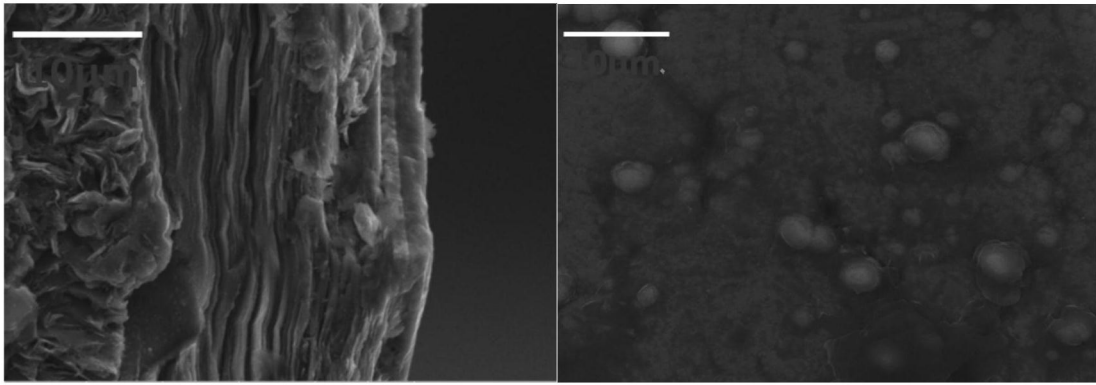
图1



截面

表面

图2



截面

表面

图3