

Analiza homogeniczności dodatku modyfikującego w stopie polikaprolaktonu w oparciu o badania mikrotomografii komputerowej

Anna KUROWSKA¹, Izabella RAJZER¹, Anna NIKODEM², Joanna WRONA³

1. Akademia Techniczno-Humanistyczna w Bielsku- Białej, Wydział Budowy Maszyn i Informatyki
2. Politechnika Wroclawska, Wydział Mechaniczny
3. Politechnika Wroclawska, Wydział Chemiczny

Cel badań

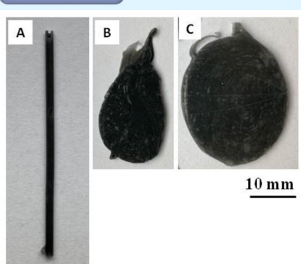
Celem pracy była ocena homogeniczności dodatku modyfikującego w objętości próbki wykonanej nową metodą otrzymywania materiałów kompozytowych (metoda wykonania stopu polimeru) o osnowie polikaprolaktonu modyfikowanych bioaktywnymi i antybakteryjnymi cząstkami .

Ocenę homogeniczności przeprowadzono w oparciu o analizę rozkładu i wielkości wtrąceń przy użyciu mikrotomografii komputerowej.

Materiały

- Poly-ε-kaprolacton (PCL) w formie granulek o masie cząsteczkowej 80kDa, firmy Sigma Aldrich
- Hydroksyapatyt (HAp) , wytworzony na AGH (mieszanka 0,1g Hap/ 3g PCL + graf)
- Grafen płatkowy (GNP) w formie proszku, firmy Sigma Aldrich (mieszanka 0,2g GNP/ 40 g PCL)

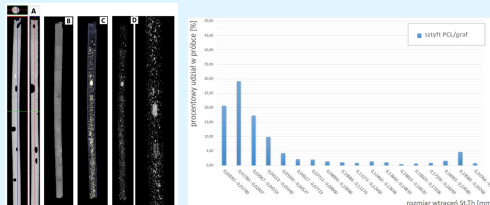
Wyniki



Rys. 1. Zdjęcia makroskopowe wykonanych próbek: A) sztyft PCL/graf; B) stop PCL/graf; C) stop PCL/graf+HAp

próbka:	sztyft PCL/graf	stop PCL/graf	stop PCL/graf+HAp
matryca			
Obj.V/TV [%]	70,8356	97,544	97,3067
Po(tot) [%]	29,1645	2,456	2,6833
Po(op) [%]	29,0489	0,5495	0,5720
Po(c) [%]	0,1629	1,9169	2,1335
wtrącenia			
Obj.V/TV [%]	0,9571	0,0611	0,1337
St.Th [mm]	0,0337	0,0483	0,2784

Tabela 2. Porównanie wartości zawartości procentowej wtrąceń oraz porowatości próbek grup 1-3, uzyskane w pomiarach z użyciem mikrotomografii komputerowej, gdzie: Obj.V/TV - to zawartość objętościowa matrycy oraz wtrąceń w objętości próbki; Po(tot) - to całkowita porowatość próbki z uwzględnieniem porowatości otwartej - Po(op) i porowatości zamkniętej - Po(c); St.Th - to średni rozmiar wtrąceń



Rys. 2. Przykładowa rekonstrukcja próbki filamentu w formie sztyftu PCL/graf, uzyskana z użyciem mikrotomografii komputerowej: A) przekroje próbki w płaszczyznach: czolowej, poprzecznej oraz strzałkowej; B) widok całej próbki; C-D) zdjęcia wtrąceń wypełniających sztyft PCL/graf

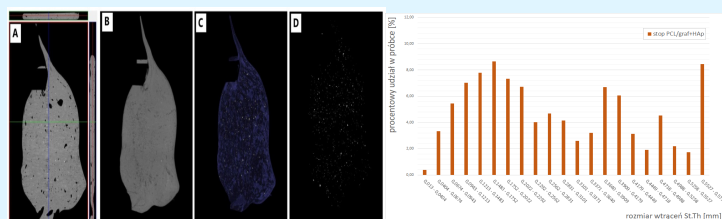
Rys. 3. Procentowy udział wtrąceń grafenu w matrycy PCL, w filamentie w formie sztyftu PCL/ graf

Metody

- Wtrysk – wtryskarka Babyplast 6/10P (Rambaldi Group)
- temperatura uplastyczniania dla PCL z dodatkiem grafenu: 210°C
- temperatura dyszy : 200°C
- Stopy polimerów wykonano przy użyciu trójkomorowego urządzenia do topienia wosku Vario E (Refrant)
- temperatura topnienia dla obu stopów: 110°C
- czas mieszania: 1 min
- Mikrotomografia komputerowa – mikrotomograf komputerowy 1172 SkyScan, Bruker (Kontich,Belgia). Badania przeprowadzono w Katedrze Mechaniki Inżynierii Materiałowej i Biomedycznej, Wydziału Mechanicznego Politechniki Wrocławskiej.

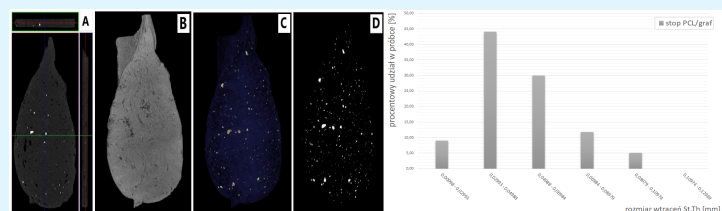
parametry próbek	sztyft PCL/graf	stop PCL/graf	stop PCL/graf+HAp
kształt próbki	walec	nieregularny	nieregularny
wysokość [mm]	47	31	44
szerokość/średnica [mm]	1,7	14	24
objętość [mm ³]	113,15	298,48	1791,59
rozdzielczość [µm]	6	10	13,5
parametry lampy	40kV/250µA	40kV/250µA	95kV/104µA

Tabela 1. Porównanie geometrii próbek poddanych badaniom z użyciem mikrotomografii, wraz z parametrami ich rejestracji



Rys. 4. Przykładowa rekonstrukcja stopu mieszanki czystego granulatu i grafenu, uzyskana z użyciem mikrotomografii komputerowej: A) przekroje próbki w płaszczyznach: czolowej, poprzecznej oraz strzałkowej; B) widok z zewnątrz całej próbki; C-D) zdjęcia wtrąceń wypełniających stop PCL/graf

Rys. 5. Procentowy udział wtrąceń grafenu w matrycy PCL, w stopie PCL/graf



Rys. 6. Przykładowa rekonstrukcja stopu gotowego sztyftu PCL/graf i hydroksyapatytu, uzyskana z użyciem mikrotomografii komputerowej: A) przekroje próbki w płaszczyznach: czolowej, poprzecznej oraz strzałkowej; B) widok z zewnątrz całej próbki; C-D) zdjęcia wtrąceń wypełniających stop PCL/graf+HAp

Rys. 7. Procentowy udział wtrąceń grafenu w matrycy PCL, w stopie PCL/graf + HAp

Wnioski

- Wstępne badania przeprowadzonych przy wykorzystaniu mikrotomografii komputerowej wykazały, że najbardziej jednorodny rozkład wtrąceń (dodatki) otrzymano dla stopu PCL/graf po wcześniejszym kilkuetapowym procesie zmieszania i stopieniu składników w temperaturze 110°C.
- W oparciu o wstępne doświadczenia można wnioskować, że zaproponowany w ramach niniejszej pracy sposób przygotowania próbek do dalszych etapów przetwórstwa wtryskowego umożliwi otrzymywanie homogenicznych sztyftów (filamentów do druku 3D), wykazujących jednorodny rozkład cząstek modyfikujących w osnowie polimeru.

PODZIĘKOWANIA

Badania finansowane przez Narodowe Centrum Nauki w ramach projektu badawczego pt. „Warstwowe podłoża wspomagające rekonstrukcję chrząstek nosa wytwarzane metodą druku przestrzennego i elektroprzędzenia”, nr 2015/18/E/ST5/00189 (Sonata Bis 5).