FIATAL MŰSZAKIAK TUDOMÁNYOS ÜLÉSSZAKA XVIII.

Kolozsvár, 2013. március 21–22.

BIOLÓGAILAG LEBOMLÓ POLIMERBEVONATOK TAPADÁSÁNAK VIZSGÁLATA

SÉLLEY TORDA László, TERDIK Andrew Attila, BOGNÁR Eszter

Abstract

In our paper we present an own-developed method for testing the adhesion properties of several coatings we created. 304 stainless steel sheets were used as carriers. First the steel surface was treated by chemical etching and electropolishing. Different electropolishing parameters were used for various surface roughnesses. The layers were made from acetone-dissolved poly (lactide-co-glycolide) copolymer, applied by micro-spraying. Our layers' adhesion was tested as a function of surface roughness of the substrate, the polymer solution concentration and the coating layer composition. Adhesion was measured by the maximum force needed to effect separation. In our experiments, coatings were made from 1, 2 and 3 wt% solutions, in one and two layers. From these the 3 wt% solution, two-layer coating has reached the maximum force ($0,28 \text{ N/mm}^2$) on a 210-seconds-electropolished, $R_a=0,091 \mu\text{m}$ average roughness carrier.

Keywords:

surface-treatment, coating, biodegradable polymer, adhesion

Összefoglalás

Cikkünkben bemutatjuk az általunk létrehozott bevonatok tapadási tulajdonságainak saját fejlesztésű vizsgálati módját. Hordozóként 304-es korrózióálló acél lapkát használtunk. Első lépésként kémiai maratással majd elektropolírozással módosítottuk a felületi érdességet. Különböző elektropolírozási paramétereket alkalmaztunk a felületi érdesség változtatása érdekében. A bevonatot poli(laktid-glikolid) kopolimer acetonban oldott formájából mikroszórásos technikával hoztuk létre. Az általunk létrehozott réteg tapadását vizsgáltuk a hordozó felületi érdessége, a polimeroldat koncentrációja és a bevonat rétegmennyiségének függvényében. A tapadás mértékét a réteg leválasztásához szükséges legnagyobb erővel jellemeztük. A kísérleteinkben alkalmazott 1, 2 és 3 %(m/m)-os oldatokból egy- és kétrétegű bevonatok közül a 3 %(m/m) koncentrációjú oldatból létrehozott kétrétegű bevonat érte el a maximális tapadást ($0,28 \text{ N/mm}^2$) a 210 másodpercig elektropolírozott, $R_a=0,091 \mu\text{m}$ átlagos érdességű hordozón.

Kulcsszavak:

felületkezelés, bevonat, biológailag lebomló polimer, tapadás

1. Bevezetés

Az európai országokban, így Magyarországon is a halálozási statisztikákat a szív- és érrendszeri betegségek vezetik. A szív- és érrendszeri betegségek során kialakult meggyengült vagy éppen elmeszesedett érszakasz kezelésének egyik módja a sztent felhelyezése. A sztent olyan speciális szövetbarát háló, amelyet a beszűkült erek átjárhatóságának javítása céljából ültetnek be a szervezetbe. A sztent alapanyagát tekintve készülhet fémből vagy polimerből. Egyes tulajdonságainak javítása érdekében szervesetlen vagy szerves bevonattal is elláthatják az implantátumot. A polimer bevonatok növelik a biokompatibilitást, hatóanyag tárolására képesek. [1,2,3]

A bevonatokat számos módon jellemezhetjük, egyik legfontosabb tulajdonságuk a tapadás, vagyis a hordozó és a bevonat közti kölcsönhatás mértéke.

2. Kísérleti paraméterek

Hordozóként alkalmazott lapka

A bevonat hordozójaként lézersugaras vágással előállított 0,3×10×15mm-es méretű 304-es korrózióálló acél lapkákat használtunk. Első lépésként a lapkákat kémiai marattuk a lézersugaras vágás okozta sorja eltávolítása végett. A maratópác 36%(m/m) sósav, 65%(m/m) salétromsav és víz 3:1:9 arányú elegye. A lapkák maratása az elegyben 60 percig tartott, ultrahangos tisztítóberendezésben. Ezután az elektropolírozás történt a felületi érdesség változtatása érdekében. Elektrolitként 85%(m/m) foszforsav, 98%(m/m) kénsav, víz 3:6:1 elegyét és 20g/l glicerint alkalmaztunk. Előzetes tapasztalatok alapján 0,01A/mm² áramsűrűség mellett, szobahőmérsékleten, 180, 210, illetve 240 másodpercig történt az elektropolírozás [4]

A különböző mértékben elektropolírozott minták felületi érdességének meghatározásához Talysurf CLI 2000 tűs letapogató egységet használtunk. A tű sebessége 50µm/sec, a tű geometriája 90°-os kúpszög, 5µm-es lekerekítési sugárral, 0,25mm-es Gauss-szűrő alkalmazásával. 4-4,75mm-es területet mértünk három – három mintán (1. táblázat).

1. táblázat. A korrózióálló acéllapák átlagos felületi érdességének változása az elektropolírozás időtartamának változásával

Elektropolírozás időtartama (másodperc)	180	210	240
Ra (µm) átlag	0,106 ± 0,033	0,091 ± 0,007	0,089 ± 0,031

A bevonat

A bevonatot a PURAC cég által biztosított PURASORB PDLG 5010 nevű DL-tejsav/glikolid 50/50 molarányú kopolimeréből készítettük. A polimerből különböző koncentrációjú oldatokat – 1, 2 és 3 %(m/m) - készítettünk és ezeket az EFD 781S porlasztószelepből és ValveMate 7040 vezérlőből álló porlasztóberendezés segítségével vittük fel a hordozóra egy illetve két rétegben. A porlasztás során a porlasztóberendezés nyomása 1 bar, a beömlő oldat mennyisége 1csepp/másodperc a porlasztófej és a hordozó távolsága 5 cm, a porlasztás időtartama 1 másodperc volt.

3. A tapadás vizsgálata

A kísérlet során a frissen szórt mintára ellentétes helyzetben helyeztünk egy ugyanolyan paraméterű acéllapkát, az érintkező felület 90mm² (1. ábra). Az így pozícionált acéllapkákat egy napig hagytuk száradni állandó levegőáramban. Az összetapadt mintákat befogóba helyezés után ellentétes irányba

húztuk. A mérés során az erőt (N) mértük az elmozdulás (mm) függvényében. Az elmozdulást minden esetben 4mm/perc értékre állítottuk. Az így kapott maximális erőből következtettünk a bevonat és a hordozó kapcsolatára. A munkánk során Instron 5965 típusú szakítógéppel dolgoztunk.

1. ábra. A tapadásvizsgálathoz előkészített minta sematikus ábrája. Az azonos paraméterekkel felületkezelte acéllapkákat ellentétes irányban helyezük a bevonatolást követően. A vizsgálat során a nyilakkal jelölt irányba húzzuk szét a bevonat által kölcsönhatásban álló lapkákat.

4. Eredmények

Az 1%(m/m)-os oldatból készített rétegek tapadásának vizsgálata esetén, a tapadás csökken az elektropolírozás idejének növekedésével, vagyis a felületi érdesség csökkenésével. Ez a tendencia a kétrétegű bevonat esetében is megfigyelhető (1. diagram).

1. diagram. A különböző paraméterekkel elektropolírozott hordozó és az 1%(m/m)-os koncentrációjú oldatból létrehozott egy- és kétrétegű bevonat közötti kapcsolat. Az elektropolírozás idejének növelésével csökken a felületi érdesség, csökken a hordozó felülete és a bevonat közötti kölcsönhatás.

A polimeroldat koncentrációjának, illetve a rétegek számának növelésével, vagyis a bevonatot alkotó polimer mennyiségének növelésével a tapadás is nő. Egy bizonyos mennyiséget elérve (3%(m/m), 2 réteg) elérünk egy bizonyos maximális tapadást, amely jellemzi bevonat és a hordozó kapcsolatát (2. diagram).

2. diagram. A hordozó és a különböző oldatokból előállított bevonat kapcsolata. A bevonatot alkotó polimer mennyiségének növekedésével a tapadás nő.

5. Összefoglalás

Kifejlesztettünk egy eljárást, amely során a saját gyártású bevonattal rendelkező sztentjeink polimerrel ellátott bevonatainak tapadását össze tudjuk hasonlítani a saját laboratóriumunkban. A kísérletek során kiderült, hogy 3%(m/m) koncentrációjú oldatból készült kétrétegű bevonat tapadása eléri a maximumot, így ennél töményebb oldatból vagy több rétegű bevonat létrehozása a tapadás szempontjából nem indokolt.

Irodalom

- [1] Dr. Rodler I. és mások: *Táplálkozási ajánlások a magyarországi felnőtt lakosság részére*, Országos Egészségfejlesztési Intézet, Budapest, 2004
- [2] G. Mani, M. D. Feldman, D. Patel, C. M. Agrawal: *Coronary stents: A materials perspective*, Biomaterials 28, 2007, 1689-1710 oldal.
- [3] P. Basnett, I. Roy: *Microbial production os biodegradable polymers and their role in cardiac stent development*, Formatex, 2010, 1405-1415 oldal.
- [4] J. Dobránszky, L. Major, J. Ginsztler, L. Dévényi: *Koszorúér-tágítóbetétek anyagai és gyártástechnológiája*, Műszaki szemle, 2009, 93-96 oldal.

Sélley Torda László, MSc hallgató

Munkahely: Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki kar, Anyagtudomány és Technológia Tanszék

Cím: 1111, Magyarország, Budapest, Bertalan Lajos u. 7

Telefon: 00-36-70-593-92-16

E-mail: torda90@gmail.com