

<b>NANOMATERIAŁY DO ZASTOSOWAŃ W BIOMEDYCYNIE - ĆWICZENIE NR 1</b>			
Temat ćwiczenia: <b>Synteza i charakterystyka podstawowych właściwości cementów kostnych.</b>			
Wydział:	INFORMATYKA I TELEKOMUNIKACJA	Stopień: <b>I</b>	Sem.: <b>VI</b>
Specjalność:	Bioinformatyka		

## 1. Cel ćwiczenia:

**teoretyczny** – zapoznanie się z reakcjami prowadzącymi do powstawania cementów kostnych oraz poznanie wpływu dodatku na wytrzymałości mechaniczną cementów kostnych

**praktyczny** – przeprowadzenie syntezy cementu kostnego i zbadanie jego podstawowych parametrów

## 2. Zagadnienia teoretyczne:

Polimeryzacja wolnorodnikowa (etapy, sposoby inicjowania), systemy inicjujące polimeryzację (inicjatory wolnorodnikowe – foto, termiczne, układy redoks), poli(metakrylan metylu), cementy kostne – skład, budowa, podział, zastosowanie, wytrzymałość mechaniczna (wytrzymałość na ściskanie i zginanie), podstawowe pojęcia – doughing time, temperatura i czas polimeryzacji,

## 3. Literatura:

1. J. Pielichowski, A. Puszyński „*Chemia polimerów*” WNT TEZA, Kraków 2004
2. T. Broniewski, „*Metody badań i ocena właściwości tworzyw sztucznych*”, WNT, Warszawa 2000.
3. W. Szlezyngier, „*Tworzywa sztuczne*”, tom 1, Oficyna Wyd. Polit. Rzesz., Rzeszów 19
4. B. Świeczko-Żurek, *Biomateriały*, Skrypt Politechniki Gdańskiej, Gdańsk 2009
5. A. Balin, „*Cementy w chirurgii kostnej*” Wydawnictwo Politechniki Śląskiej, Gliwice 2016
6. K.D. Kühn, *Bone Cements: Up-to-Date Comparison of Physical and Chemical Properties of Commercial Materials*, Springer Berlin, Berlin, 2013

## 4. Spis odczynników:

- a) poli(metakrylan metylu) (PMMA)
- b) metakrylan metylu (MMA)
- c) nadtlenuk benzoilu (BPO)
- d) N, N-dimetylo-p-toluidyna (DMPT)
- e) krzemionka nano i mikrokrystaliczna

## 5. Wykonanie ćwiczenia:

### Część I. Przygotowanie cementów do badań

W pierwszym etapie ćwiczenia, w celu otrzymania fazy ciekłej, do monomeru MMA, należy wprowadzić inicjator DMPT w ilości 0,5% mas. i homogenizować na orbitalnej wyrząsarce mechanicznej w celu uzyskania jednorodnej mieszaniny monomer+DMPT. Następnie koniecznym jest przygotowanie fazy proszkowej poprzez zmieszanie odpowiedniej ilości proszku PMMA i koinicjatora BPO w ilości 0,7% mas. w stosunku do masy monomerów. Ilość inicjatora i koinicjatora może ulegać zmianie (zapytać prowadzącego ćwiczenie).

W kolejnym etapie do parowniczkę odważyć odpowiednią ilość fazy proszkowej, a do niej dodać fazę ciekłą, w odpowiednim stosunku masowym (1:1,25, 1:2, 2:1 – kierować się wytycznymi otrzymanymi od prowadzącego). Ilość przygotowanego cementu należy przeliczyć na 2,2g całej próbki. Po zmieszanii dwóch faz, należy mieszać próbkę za pomocą metalowej szpatułki przez minutę. Dalsze przygotowanie próbek różnić się będzie w zależności od przeprowadzonego badania.

Analogicznie przygotować próbki z krzemionką mikro i nanokrystaliczną, z tym, że krzemionkę dodawać należy do części proszkowej w ilości podanej przez prowadzącego.

### Część II. Badanie czasu doughing time cementów kostnych

Doughing time, nazywany również czasem wyrabiania ciasta, jest to czas, w którym palec w rękawiczce po raz pierwszy czysto oddziela się od cementu kostnego. Do przeprowadzenia pomiaru „doughing time” należy użyć stoper z dokładnością pomiaru do 1 s. Składniki – proszek i ciecz umieścić w parowniczkę i mieszać przy pomocy szpatułki. Stoper należy uruchomić w momencie dodania cieczy do proszku. Po ok. 30 s mieszania należy delikatnie dotknąć powierzchni cementu kostnego palcem w rękawiczce i obserwować, czy pomiędzy rękawiczką a próbką tworzą się włókna (czy rękawiczka „klei się” do cementu). Czynność powtarzać w odstępach czasowych – co 15 s. Pomiar należy prowadzić do chwili, gdy palec w rękawiczce czysto odrywać się będzie od powierzchni cementu kostnego. Pomiar doughing time należy powtórzyć dwukrotnie dla danej próbki. Z otrzymanych wyników obliczyć średnią arytmetyczną z zaokrągleniem do 15 s. Pomiar należy powtórzyć dla każdego typu cementu (czystego, z krzemionką mikro i nanokrystaliczną)

### Część III. Badanie maksymalnej temperatury polimeryzacji cementów kostnych ( $T_{max}$ ) oraz czasu wiązania ( $t_{set}$ ).

Reakcja polimeryzacji jest procesem egzotermicznym. Czas wiązania to okres, który upływa do chwili osiągnięcia wartości temperatury, która jest średnią temperatury otoczenia i temperatury maksymalnej.

Do przeprowadzenia pomiaru temperatury przygotować należy stoper oraz formy, w których umieszczany będzie cement kostny. Przed badaniem termoparę należy zabezpieczyć folią, w celu uniknięcia bezpośredniego kontaktu termopary z cementem kostnym. W pierwszej kolejności należy spisać wartość temperatury otoczenia. Następnie dokładnie wymieszać fazę ciekłą z fazą proszkową w formie. Stoper należy włączyć w momencie rozpoczęcia dodawania cieczy do proszku. Kolejnym krokiem jest umieszczenie termopary w środku cementu, ok. 3 mm nad dnem formy. Wartości temperatury należy zapisywać co 10 s. Pomiar prowadzić do momentu zauważalnego spadku temperatury. Należy wykonać badanie dwukrotnie dla każdej próbki cementu i dla wszystkich typów cementów.

Czas wiązania cementu kostnego obliczyć na podstawie wzoru:

$$t_{\text{set}} = \frac{T_{\text{max}} + T_{\text{amb}}}{2}$$

gdzie:

$T_{\text{max}}$  - najwyższa osiągnięta temperatura,

$T_{\text{amb}}$  - temperatura otoczenia.

#### **Część IV. Badania wytrzymałości na ściskanie cementów kostnych**

Przygotowane zgodnie z opisem przedstawionym w poprzednim punkcie cementy kostne należy umieścić w cylindrycznych formach z tworzywa sztucznego (PE) o wysokości 12 mm i średnicy 6 mm. Następnie polimeryzację prowadzić w suszarce laboratoryjnej przez 1h w temperaturze 36,6 °C i stałej wilgotności (30%). Otrzymane w ten sposób kształtki z cementów kostnych należy wyciągnąć z formy i pozostawić w suszarce na kolejne 1h-1,5h.

Otrzymane próbki należy poddać badaniu wytrzymałości na ściskanie ( $\sigma$ ) na maszynie wytrzymałościowej Zwick/Roell Z020, ze stałą prędkość trawersy, która powinna wynosić 22,5 mm/min. Przed pomiarem każdą próbkę, należy zeszlifować w taki sposób, aby uzyskać gładkie powierzchnie podstaw. Następnie zmierzyć wysokość oraz średnicę próbek. Pomiar prowadzić do momentu pęknięcia próbki i powtórzyć go trzykrotnie dla każdego typu cementu (czystego, z krzemionką mikro i nanokrystaliczną). Otrzymane wyniki wytrzymałości na ściskanie i modułu Younga umieścić w opracowaniu ćwiczenia.

### **6. Opracowanie wyników:**

- Opisać sposób przeprowadzenia ćwiczenia.
- Przedstawić obliczenia wykonane w trakcie przygotowania próbek.
- Porównać otrzymane wyniki doughing time, maksymalnej temperatury polimeryzacji, czasu wiązania oraz wytrzymałości na ściskanie dla cementów kostnych z dodatkiem i bez dodatku krzemionki.

- Wykonać wykres zależności temperatury polimeryzacji od czasu trwania reakcji dla badanych cementów, podać i omówić  $T_{\max}$  dla badanych próbek,
- Wyznaczyć  $t_{\text{set}}$  dla badanych próbek,
- Sformułować wnioski odnośnie zbadanych parametrów, cementów kostnych, jaki wpływ ma krzemionka mikro i nanokrystaliczna na te parametry i wytrzymałość mechaniczną cementów kostnych.

## 7. Zasady bezpieczeństwa:

- I. Wszystkie przewidziane w ćwiczeniu badania i pomiary wykonywać zgodnie z poleceniami prowadzącego.
- II. Przystąpienie do wykonywania ćwiczenia wymaga zapoznania się z kartami charakterystyki substancji (patrz załączniki).

## 8. Załączniki:

- a) karta charakterystyki poli(metakrylanu metylu) (PMMA)
- b) karta charakterystyki metakrylanu metylu (MMA)
- c) karta charakterystyki nadtlenu benzoilu (BPO)
- d) karta charakterystyki N, N-dimetylo-p-toluidyny (DMPT)