

MATERIAŁY POLIMEROWE W FARMACJI - ĆWICZENIE NR 4		
Temat ćwiczenia: SYNTEZA BIOAKTYWNYCH LAKIERÓW KOSMETYCZNYCH		
Wydział: TECHNOLOGIA CHEMICZNA Specjalność: Inżynieria Farmaceutyczna	Stopień: I	Sem.: V

1. Cel ćwiczenia:

teoretyczny – poznanie metody otrzymywania lakierów światłoutwardzalnych oraz wpływu modyfikatorów na przebieg fotopolimeryzacji i właściwości powłok

praktyczny – otrzymanie lakierów światłoutwardzalnych (niemodyfikowanych i z dodatkiem modyfikatorów) oraz zbadanie ich podstawowych właściwości użytkowych

2. Zagadnienia teoretyczne:

Polimeryzacja rodnikowa (monomery, etapy polimeryzacji – inicjowanie, propagacja, terminacja, metody inicjowania reakcji – termiczna, redoks, UV, wpływ tlenu na proces polimeryzacji). Polimeryzacja monomerów wielofunkcyjnych: ogólna charakterystyka procesu. [1,4]

Kompozycjelakiernicze: lepkość, rozlewność, krycie [2], dodatki proadhezyjne, pigmenty i barwniki, podstawowe składniki lakierów kosmetycznych, związki aktywne w kosmetykach [2-5, 7], skład kompozycji fotoutwardzalnej [1]

Badanie powłok lakierniczych: grubość, twardość, twardość rysowa, adhezja, ścieralność, odporność na zmatowienie i nasiąkliwość wodą oraz acetonem, porowatość, odporność na działanie wilgoci i temperaturę [2]. Pomiar połysku (połyskomierz, kąt pomiaru, jednostki połysku GU) [2, Norma PN-EN ISO 2813], oraz chropowatości powierzchni (chropowatościomierz, parametry Ra i Rz)[Norma PN-EN ISO 4287 i 4288].

3. Literatura:

1. „Fotochemia polimerów. Teoria i zastosowanie”, red. J. Pączkowski
2. „Powłoki malarsko-lakiernicze, Poradnik” praca zbiorowa
3. *Bezpieczne stosowanie światłoutwardzalnych i akrylowych produktów do paznokci*, EBOOK POLSKIEGO ZWIĄZKU PRZEMYSŁU KOSMETYCZNEGO
4. „Fotoutwardzalne lakiery uretanoakrylanowe - otrzymywanie i ocena właściwości”, Paulina Bednarczyk Rozprawa doktorska, ZUT Szczecin 2020
5. „Chemia w kosmetyce i kosmetologii”, Z. Sarbak, B. Jachymska-Sarbak, A. Sarbak
6. Normy PN-EN ISO 1518-2, 2813, 4287 i 4288
7. Uzupełniająca: „Nail structure and product chemistry” Schoon, Douglas

4. Spis odczynników:

- a) żywice (met)akrylowe
- b) fotoinicjatory (jeden wskazany przez prowadzącego):
 - 2,2-dimetoksy-2-fenylacetofenon (DMPA),

- Irgacure 184 (1-hydroksy-cykloheksylo-fenylo-keton) (I 184),
- c) pigment (wskazany przez prowadzącego),
- d) witamina E (α - tokoferol), witamina C (kwas askorbinowy), proteiny jedwabiu, keratyna
- e) sól srebra – azotan srebra
- f) eugenol,
- g) etanol.

5. Wykonanie ćwiczenia

Część I

Sporządzenie kompozycji lakierniczych

- a) Odważyć kompozycję światłoutwardzalną A (stężenie fotoinicjatora 6% mas.) w ilości ok. 5 g do każdej z 4 szklanych fiolek (próbki 1-4).
- b) Odważyć kompozycję światłoutwardzalną B (stężenie fotoinicjatora 3% mas.) w ilości ok. 5 g do szklanej fioleki (próbka 5).
- c) Do fioleki szklanej oznaczonej próbka 2 (A2) odważyć pigment w ilości podanej przez prowadzącego.
- d) Do fioleki szklanej oznaczonej próbka 3 (A3) odważyć wskazany związek aktywny w ilości podanej przez prowadzącego.
- e) Do fioleki szklanej oznaczonej próbka 4 (A4) odważyć pigment i wskazany związek aktywny w ilościach odpowiadających próbkom A2 i A3.
- f) Do fioleki szklanej oznaczonej próbka 5 (B4) odważyć pigment i wskazany związek aktywny w ilościach odpowiadających próbkom A2 i A3.
- g) Zabezpieczyć fioleki parafilmem i chronić przed światłem (np. folią aluminiową lub czarną), a następnie umieścić w łaźni ultradźwiękowej i/lub wyrzäsarce orbitalnej w celu homogenizacji przygotowanych kompozycji (w przypadku pigmentu – do uzyskania jednolitej dyspersji).

Tabela 1. Skład otrzymywanych kompozycji lakierniczych

Symbol	Kompozycja	Fotoinicjator [% mas.]	Dodatek [% mas.]
1	A1. lakier niemodyfikowany (kontrola)	6	brak
2	A2. lakier z pigmentem	6	pigment: 0,05-1,0
3	A3. lakier ze związkiem aktywnym (witamina E lub eugenol)	6	związek aktywny: 0,05-5,0
4	A4. lakier ze związkiem aktywnym i pigmentem	6	pigment: 0,05-1,0 związek aktywny: 0,05-5,0
5	B4. lakier ze związkiem aktywnym i pigmentem	3	pigment: 0,05-1,0 związek aktywny: 0,05-5,0

Część II

Otrzymanie powłoki lakierniczej

- a) Nakładanie i utwardzanie kompozycji lakierniczej na płytce do badań
 1. Naniesienie kilku kropel kompozycji światłoutwardzalnej i równomierne rozprowadzenie aplikatorem odpowiedniej grubości warstwy (wskazanej przez prowadzącego) po powierzchni płytki.
 2. Utwardzenie w lampie do utwardzania lakierów kosmetycznych przez dedykowany dla lampy okres czasu (60s, 120s).
 3. Naniesienie drugiej warstwy: powtórzenie kroku 1 i 2.
- b) Nakładanie i utwardzanie kompozycji lakierniczej na sztucznym paznokciu

Za pomocą przeznaczonego do tego pędzelka nanieść cienką, równomierną warstwę kompozycji lakierniczej na powierzchnię sztucznego paznokcia. Następnie utwardzić kompozycję w lampie kosmetycznej przez dedykowany dla lampy okres czasu (60s, 120s). Po zakończeniu utwardzania nałożyć drugą warstwę kompozycji i ponownie przeprowadzić proces utwardzania w tych samych warunkach.
- c) Ocena powłoki po utwardzeniu.
 1. Ocenic, czy powierzchnia powłoki jest sucha, czy lepka (warstwa inhibicji tlenowej); zanotować barwę, jednorodność i przezroczystość powłoki dla każdej próbki 1–5 zarówno dla wykonanej stylizacji na paznokciu, jak i dla powłoki na płytce.
 2. Lepkiej warstwy powierzchniowej nie usuwać bez zgody prowadzącego; w razie potrzeby przetrzeć powierzchnię ściereczką zwilżoną etanolem lub izopropanolem, zgodnie ze wskazaniami prowadzącego.

Część III

Pomiar połysku powłok lakierniczych(PN-EN ISO 2813)

Uwaga: pomiary połysku i chropowatości wykonać przed badaniem twardości rysowej, ponieważ jest to badanie niszczące.

- a) Skalibrować połyskomierz na wzorcu zgodnie z instrukcją aparatu.
- b) Na każdej płytce (1-5) wykonać co najmniej 5 pomiarów w różnych miejscach, przy kącie pomiarowym wskazanym przez prowadzącego (20°, 60° lub 85°); kierunek pomiaru i kąt zachować jednakowe dla wszystkich próbek.
- c) Wyniki zapisać w jednostkach połysku (GU), obliczyć wartość średnią i odchylenie standardowe.
- d) Przed pomiarem lakieru z lepką warstwą na powierzchni należy powierzchnię przetrzeć izopropanolem lub etanolem.

Część IV

Pomiar chropowatości powierzchni powłok lakierniczych(PN-EN ISO 4287, 4288)

- a) Pomiary wykonać za pomocą chropowatościomierza.
- b) Na każdej płytce (1-5) wykonać co najmniej 5 pomiarów w różnych miejscach, zawsze w tym samym kierunku względem krawędzi płytki.

- c) Wyznaczyć parametry chropowatości Ra i Rz oraz ich wartości średnie.
- d) Przed pomiarem lakieru z lepłą warstwą na powierzchni należy powierzchnię przetrzeć izopropanolem lub etanolem.

Część V

Badanie właściwości mechanicznych powłoki lakierniczej

Zarysowanie powierzchni badanej (PN-EN ISO 1518-2)

Badanie należy przeprowadzić przy wykorzystaniu aparatu do zarysowania powierzchni Lineartester 249 firmy ERICHSEN zaopatrzonego w rysik IHD poruszający się podczas testu z prędkością 35 mm/s. Pomiary należy przeprowadzić dla każdej próbki (1-5) przy zmiennym obciążeniu rysika od 1 do 40 N. Pomiar wykonać zgodnie z zaleceniami podanymi przez prowadzącego do uzyskania pierwszego widocznego zarysowania (PWZ) na powierzchni lakieru.

**WSZYSTKIE POWYŻSZE CZYNNOŚCI WYKONYWAĆ ŚCIŚLE WEDŁUG WSKAZÓWEK PROWADZĄCEGO
ĆWICZENIE**

6. Opracowanie wyników

Część II

Przedstawić spostrzeżenia poczynione podczas wykonywania ćwiczenia i opisać uzyskane powłoki (barwa, jednorodność, przezroczystość, lepkość powierzchni).

Część III i IV

Przedstawić wyniki pomiarów połysku oraz chropowatości (Ra, Rz) w postaci tabeli i wykresów słupkowych (wartość średnia i odchylenie standardowe).

Część V

Podać obciążenie rysika, przy którym wystąpiło zarysowanie powierzchni powłoki (PWZ).

Zestawienie wyników

Zestawić wyniki wszystkich pomiarów w tabeli i porównać je z lakierem niemodyfikowanym (A):

Tabela 2. Zestawienie wyników badań powłok

Próbka	Połysk [GU]	chropowatość		PWZ [N]
		Ra [μm]	Rz [μm]	
1				
2				
3				
4				
5				

- wpływ pigmentu na przebieg utwardzania i właściwości powłoki,
- wpływ wybranych związków aktywnych na przebieg utwardzania i właściwości powłoki,

- wpływ stężenia fotoinicjatora,
- zależność między połyskiem, chropowatością, twardością rysową, przyczepnością powłoki a składem lakieru.

Wyciągnąć wnioski z przeprowadzonego ćwiczenia.

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).
- III. Żywice i monomery (met)akrylowe oraz eugenol mogą działać drażniąco i uczulająco – pracować w rękawicach ochronnych, okularach i fartuchu; unikać kontaktu ze skórą.
- IV. Nie patrzeć bezpośrednio na lampę UV; naświetlanie prowadzić wyłącznie w transporterze, z zastosowaniem osłon i ochrony oczu zgodnie ze wskazówkami prowadzącego.
- V. Etanol jest cieczą łatwopalną – nie używać w pobliżu źródeł ognia i zapłonu.
- VI. Odpady gromadzić w odpowiednich pojemnikach, zgodnie z kartą odpadów.

8. Załączniki:

- a) karta charakterystyki żywicy (met)akrylowej
- b) karty charakterystyk fotoinicjatorów
- c) karta charakterystyki pigmentu
- d) karta charakterystyki witaminy E (α -tokoferolu)
- e) karta charakterystyki keratyny
- f) karta charakterystyki eugenolu
- g) karta charakterystyki azotanu srebra
- h) karta charakterystyki etanolu

KARTA ODPADÓW		
MATERIAŁY POLIMEROWE W FARMACJI - ĆWICZENIE NR 4		
Temat ćwiczenia: SYNTEZA BIOAKTYWNYCH LAKIERÓW KOSMETYCZNYCH		
Wydział: TECHNOLOGIA CHEMICZNA Kierunek: Inżynieria Farmaceutyczna	Stopień: I	Sem.: V
Prowadzący ćwiczenie:	Data wykonania:	
Wykonujący ćwiczenie:		
Pojemnik – faza organiczna (etanol, pozostałości kompozycji) 1. 2. 3. 4. 5.	Pojemnik – faza wodna 1. 2. 3. 4. 5.	
Pojemnik – odpady stałe (płytki, rękawice, fiolki) 1. 2. 3. 4. 5.		
Podpis prowadzącego:		