

28 WPŁYW SKŁADU CHEMICZNEGO I PARAMETRÓW SPIEKANIA NA WŁAŚCIWOŚCI TWORZYW KALCYTOWYCH

SŁAWOMIR MICHAŁOWSKI, ZBIGNIEW JAEGERMANN,
JOANNA KARAS

INSTYTUT SZKŁA I CERAMIKI,
UL. POSTĘPU 9, 02-676 WARSZAWA
BIOCERAMIKA@NEOSTRADA.PL

[Inżynieria Biomateriałów, 47-53,(2005),28-29]

Wprowadzenie

Celem niniejszych badań była optymalizację właściwości fizycznych tworzyw kalcytowych na nośniki żywych komórek, służących do regeneracji tkanki kostnej metodą inżynierii tkankowej, poprzez modyfikację składu chemicznego oraz dobór obróbki termicznej tworzyw.

Materiały i metody

W ramach niniejszej pracy przeprowadzono badania tworzyw kalcytowych zawierających różne zawartości fluorku litu od 0,9% do 10% (TABELA 1). Próbki do badań formowano przez prasowanie jednoosiowe i wypalano w temperaturach: 450, 470, 490, 510 i 530°C z przetrzymaniem 6 godzin. Analizę uziarnienia zestawów tworzyw przeprowadzono przy pomocy laserowego analizatora wielkości cząstek. Gęstość pozorną wyprasek i spieków oznaczono metodą geometryczną, a wytrzymałość oceniano na podstawie testu na ściskanie. Wykonano także wyciągi wodne z otrzymanych tworzyw i oznaczono ich odczyn pH w temperaturze 37°C.

Omówienie wyników badań

Z przeprowadzonych badań wynika, że tworzywa o zawartości fluorku litu 0,9% i 5% w składzie zachowują się podobnie podczas spiekania. Najwyższą gęstość pozorną i wytrzymałość na ściskanie osiągają one w temperaturze 510°C, natomiast w temperaturze 530°C obserwuje się wyraźny spadek wartości tych parametrów. Tworzywo o zawartości fluorku litu 10% ulega właściwemu zagęszczeniu dopiero w temperaturze 530°C. Obserwacje mikrostruktury powierzchni badanych tworzyw, przedstawione na RYS.4, potwierdziły również te zależności. W temperaturze 490°C tworzywo CC-1FMK jest w dużym stopniu zagęszczone, z niewielką tylko ilością porów, tworzywo CC-5FMK charakteryzuje się dużą porowatością, natomiast tworzywo CC-10FMK praktycznie nie wykazuje oznak spieczenia ziaren węglanu wapnia. W temperaturze 510°C tworzywa o zawartości fluorku litu 0,9% i 5% są dobrze spieczone, a na powierzchni tworzywa o zawartości 10% widoczne są jeszcze liczne pory. Badania pH wyciągów wodnych otrzymanych tworzyw przedstawiono na RYS.3. Notuje się wzrost odczynu pH wraz ze wzrostem stopnia ich zagęszczenia. Dla dobrze zagęszczonych próbek odczynu pH wyciągów kształtują się na poziomie od 10,8 do 10,9.

Podsumowanie

W świetle przeprowadzonych badań można stwierdzić, że zarówno skład chemiczny tworzyw kalcytowych, jak i

THE INFLUENCE OF CHEMICAL COMPOSITIONS AND SINTERING PARAMETERS ON THE PROPERTIES OF CALCITE MATERIALS

SŁAWOMIR MICHAŁOWSKI, ZBIGNIEW JAEGERMANN,
JOANNA KARAS

INSTITUTE OF GLASS AND CERAMICS, BIOCERAMIC DEPARTMENT
9, POSTĘPU STREET, 02-676 WARSAW
BIOCERAMIKA@NEOSTRADA.PL

[Engineering of Biomaterials, 47-53,(2005),28-29]

Introduction

The aim of the present work is to evaluate the properties of calcite materials in order to select the most suitable one for calcite carriers of living cells for bone regeneration by tissue engineering method.

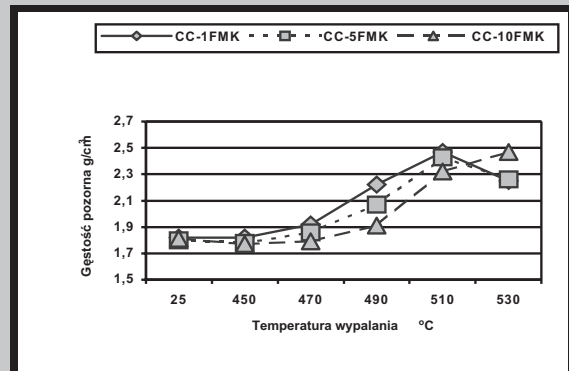
Materials and methods

Three calcite materials based on CaCO_3 (calcite pure, POCh) containing 0,9 to 10wt% of lithium fluoride LiF (pure, Riedel-deHaën) were evaluated within the research (TABLE 1). Testing samples were formed by uniaxial pressing and sintered in temperatures of 450, 470, 490, 510 and 530°C with 6 hours of dwell time. Green density and apparent density were determined by geometrical method. Relative density was calculated on the basis of polycrystalline parametry ich obróbki cieplnej mają decydujący wpływ

Symbol zestawu	Zawartość Content of [%mas.]		Średnie ziarno Medium grain size d_{50} [μm]	Gęstość pozorną wyprasek Green density [g/cm^3]
	CaCO_3	LiF		
CC-1FMK	99,1	0,9	2,96	1,82
CC-5FMK	95,0	5,0	3,06	1,80
CC-10FMK	90,0	10,0	2,91	1,81

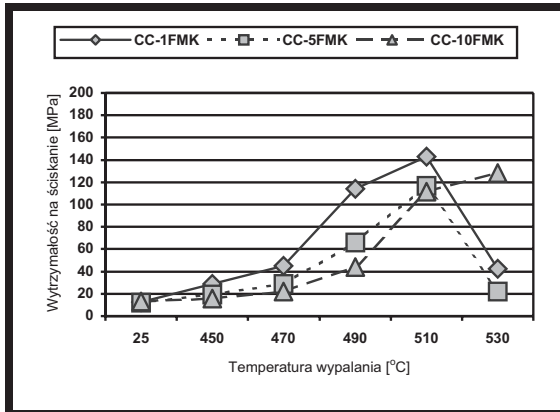
TABELA 1. Składy zestawów tworzyw kalcytowych.

TABLE 1. Compositions of calcite materials.

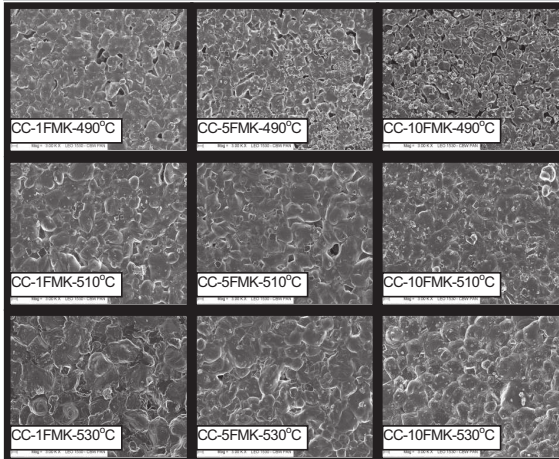


RYS. 1. Zależność gęstości pozornej od temperatury spiekania tworzyw kalcytowych.

FIG. 1. Apparent density vs sintering temperature of calcite materials.



RYS. 2. Zależność wytrzymałości na ściskanie od temperatury spiekania tworzyw kalcytowych.
FIG. 2. Compressive strength vs sintering temperature of calcite materials.



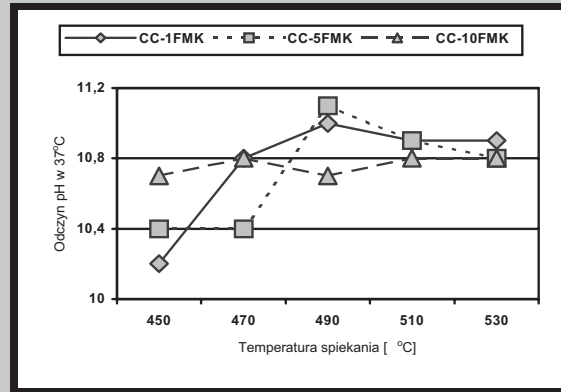
RYS. 4. Zależność mikrostruktury powierzchni tworzyw kalcytowych od temperatury spiekania.
FIG. 4. Surface microstructure vs sintering temperature of calcite materials.

na ich właściwości fizyczne, wytrzymałościowe i mikrostrukturę powierzchni, a mianowicie:

- wzrost zawartości fluorku litu w tworzywie podnosi jego temperaturę spiekania,
- przekroczenie optymalnej temperatury spiekania powoduje gwałtowny spadek wytrzymałości tworzyw na ściskanie,
- zastosowanie dodatku LiF w ilości 0,9% i 5% oraz temperatury wypalania 510°C z przetrzymaniem 6 godzin, a także dodatku 10% LiF i temperatury 530°C pozwala na uzyskanie dobrze zagęszczonych tworzyw kalcytowych o wysokiej wytrzymałości mechanicznej, przydatnych do wytwarzania nośników komórek.

Podziękowanie

Praca finansowana przez Ministra Nauki i Informatyzacji w ramach projektu badawczego zamawianego Nr 05/PBZ-KBN-082/2002/06



RYS. 3. Zależność odczynu pH od temperatury spiekania tworzyw kalcytowych.
FIG. 3. pH reaction vs sintering temperature of calcite materials.

erties were evaluated on the basis of compression tests. Tests of pH reaction of aqueous extracts from the materials were also done.

Results

The results of our studies show that the materials CC-1FMK and CC-5FMK behave in a similar way during sintering. They achieve the highest apparent density and compressive strength in the temperature of 510°C, but in 530°C a rapid decrease of both parameters can be observed. The material containing 10wt% LiF sinters well only in the temperature of 530°C (FIG.1 and 2). The surface microstructure of these materials confirms the forging dependences. In the temperature of 490°C the material CC-1FMK shows high rate of compaction, the material CC-5FMK is still quite porous and the material CC-10FMK is only slightly sintered (FIG.4). In the temperature of 510°C the surface microstructure of materials CC-1FMK and CC-5FMK shows good compaction, but material CC-10FMK still contains open pores on its surface. pH reaction of aqueous extracts of tested materials increases with the increase of compaction degree. For well sintered samples pH reaction is similar and ranges between 10,8 and 10,9 (FIG.3)

Summary

Analysis of the results demonstrated that both chemical composition and thermal treatment highly influence physical and mechanical properties as well as microstructure of calcite materials:

- higher content of LiF in the material (between 0,9 and 10wt%) increases its optimal sintering temperature,
- exceeding of optimal sintering temperature causes a rapid decrease of compressive strength of these materials,
- the proper selection of chemical composition and sintering parameters allows to obtain well compacted and mechanically tough calcite materials, which can be used for preparing carriers for living cells.

Acknowledgement

This work was supported by the Minister of Science and Information Society Technologies (grant No. 05/PBZ-KBN-082/2002/06)