

BIOKOMPATIBILIS NYÚLÁSMÉRŐ BÉLYEG SZERKEZETI ÉS MECHANIKAI VIZSGÁLATA

Lőrinczi Ottó Botond, Aradi Petra

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem,
Mechatronika, Optika és Gépészeti Informatika Tanszék

lorinczi@mogi.bme.hu

Absztrakt

A következő tanulmány egy biokompatibilis bevonattal ellátott, villamosan vezető, szilikon alapanyagú nyúlásmérő bélyeg tervezését, a próbadarabok elkészítését, az elvégzett vizsgálatokat, valamint azok eredményeit foglalja össze. A tervezési feladat a meglévő villamosan vezető szilikon nyúlásmérő bélyeg biokompatibilissé tétele volt, tehát a bevonat lehetséges alapanyagainak meghatározása, létrehozásának lehetőségei és a megvalósítható módszer kiválasztása után a próbatestek gyártásához szükséges szerszámok létrehozása is idetartozik.

Az elkészített próbadarabok esetén vizsgáltuk, hogy a még teljesen használatlan nyúlásmérő bélyeg konstans és ciklikus mechanikai terhelés hatására produkál-e bármilyen tranzienst, amennyiben igen, milyen annak jellege és mértéke. Pásztázó elektronmikroszkóp segítségével elemeztük a nyúlásmérő bélyeg felépítését, meghatároztuk a villamosan vezető szilikon és a biokompatibilis réteg közötti átmenet jellegét. Az eredmények azt mutatják, hogy a nyúlásmérők alapanyagától függően különböző mértékben, de mindenképpen átesnek egy tranzienst beálláson. Megállapítható, hogy a szilikonok polimerizációját elősegítő katalizátoroktól függően a biokompatibilis bevonat és a villamosan vezető alap nem minden alapanyag esetén képes megfelelő térhálósodásra.

Kulcsszavak: villamosan vezető szilikon, nyúlásmérő bélyeg, biokompatibilitás

Mechanical and structural analysis of a biocompatible strain gauge

Abstract

This paper is intended to introduce an electrically conductive silicone strain gauge with biocompatible, including the design, the production of the test specimens, finally the measurements that had been carried out and the results of these measurements.

The design work aimed to develop the method to implement a biocompatible coating on a formerly produced electrically conductive silicone strain gauge. After the selection of the proper manufacturing method, the material for the coating had to be determined and the development and production of the necessary tools had to be carried out.

Multiple analyses had been carried out on the produced test specimens; during the first measurement, constant and cyclic mechanical loads had been applied on the specimen in order to determine whether there is a transient effect on the newly produced gauges or not; if so, what is the nature and extent of this effect. The next measurement was intended to determine the structure of the strain gauge, especially with regards to the transition between the electrically conductive

core and the biocompatible coating. Scanning electron microscope had been used to analyse the cross-section of specimens cut off from the strain gauge.

Measurements showed that there is always a transient effect, its extend depends on the raw material. Also, depending on the catalyst helping the polymerization of the silicone, the crosslinking cannot develop in the area between the electrically conductive core and the biocompatible coating.

Keywords: electrically conductive silicone, strain gauge, biocompatibility

1. Bevezetés

Az orvostechikában a biokompatibilitás kérdése számos esetben kivételes jelentőséggel bír. Bizonyos eszközöknek a szervezeten belül kell hosszú időn keresztül megfelelően működni, míg más berendezések a bőrfelülettel érintkeznek huzamosabb ideig. Az ilyen eszközökben felhasznált anyagok esetében a felhasználás céljainak megfelelő szigorúságú előírásoknak kell megfelelni a biokompatibilitásra vonatkozóan.

A biokompatibilitásra nem csak egy definíció létezik. A szakirodalomban megtalálható többféle értelmezés alkalmazás-specifikusan közelíti meg a kérdést, ennek jelentőségét a szerzők legtöbbször hangsúlyozzák is.¹⁻³ A definíciók kiemelhetik a bioanyagok azon tulajdonságát, hogy a befogadó szervezeten belül bizonyos elvart – tehát akár hasznos – reakciót váltson ki, más esetben a teljesen inert viselkedés a meghatározás alapja, míg bizonyos források bármilyen, a szervezetre gyakorolt ártalmas vagy mérgező hatástól való mentességet emelik ki.

Jelen feladat egy szilikongumiból készült biokompatibilis nyúlásmérő bélyeg elkészítése és a mintadarabok vizsgálata. Amikor a szenzor fejlesztésének igénye felmerült, a lehetséges alkalmazási területek között szerepelt a szervezetbe ültetett változat is, ugyanakkor számos egyéb feladatban használható, így a definíciókban felsorolt összes szempont figyelembe vehető.^{4,5}

A biokompatibilitáson kívül a szenzor kifejlesztésének másik oka, hogy a szilikon nyúlásmérő bélyeg alkalmazása révén több nagyságrenddel nő a mérhető relatív nyúlás. Az ujjak behajlításának mérését alapul véve kijelenthető, hogy semmilyen más nyúlásmérő bélyeg nem képes mérni a $10^2\%$ nagyságrendbe eső relatív nyúlást, a fém nyúlásmérők méréshatára 5% , míg a félvezető nyúlásmérőké $1-2\%$. A szilikon nyúlásmérő tehát már önmagában is új alkalmazási területek felé nyithat utat. A szenzor alapját egy villamosan vezető szilikonlap alkotja, amelynek ellenállása a megnyújtás mértékével változik. A vezető tulajdonság különböző adalékanyagok hozzáadásával érhető el, ekkor azonban elvész a biokompatibilitás, aminek biztosítására egy külső réteg alkalmazható. A két anyag együtt biztosítja azt, hogy a szenzor minden kritériumnak megfeleljen.

2. Felhasznált alapanyagok

A villamosan vezető szilikonok fő jellemzőik alapján csoportosíthatóak, így egy adott alkalmazáshoz kiválasztható a megfelelő alapanyag: a keménység, a vezetőképességet biztosító adalék, a polimerizációt elősegítő katalizátor. Használatuk nyúlásmérőként több kutatás témáját adja.⁶ A kutatásban elemeztük a villamosan vezető anyagot és a bevonatot, mely biokompatibilis. A jelen tanulmányban két villamosan vezető szilikonból készültek a mintadarabok. Az egyik a NUSIL R2637 azonosítójú anyag, a másik pedig az ELASTOSIL R570/70-es szilikon.

NUSIL R2637

- Szobahőmérsékleten vulkanizálódó (RTV)
- Hőkezeléssel a vulkanizálódás időtartama beállítható
- Kétkomponensű, A:B → 1:20 arányban keverendő
- Keménység: Shore A 60
- Platinakatalizátoros
- Villamos vezetést biztosító anyag: ezüst/nikkel

ELASTOSIL R570/70

- Nagy hőmérsékleten vulkanizálódó (HTV)
- A hőmérséklet függvényében a vulkanizálódás időtartama beállítható
- Egykomponensű
- Keménysége Shore A 70
- Peroxidkatalizátoros
- Villamos vezetést biztosító anyag: korom (szén)

A biokompatibilis bevonat kialakítására is két különböző anyag került felhasználásra. Az orvosi szilikon esetében a kísérletek szempontjából lényeges tényező a keménység és a katalizátor típusa. Egyéb esetekben figyelembe vehető az anyag optikai tisztasága is, azonban jelen tanulmányban ez nem játszik szerepet. A biokompatibilis külső réteg létrehozásához felhasznált alapanyagok (NUSIL MED4920 és NUSIL MED6020) szobahőmérsékleten vulkanizálódó szilikonok, a vulkanizációs idő rövidítése miatt a bevonat magasabb hőmérsékleten készült.

NUSIL MED4920

- Szobahőmérsékleten vulkanizálódó (RTV)
- Hőkezeléssel a vulkanizálódás időtartama beállítható
- Kétkomponensű, A:B → 1:1 arányban keverendő
- Keménység: Shore A 20
- Platinakatalizátoros

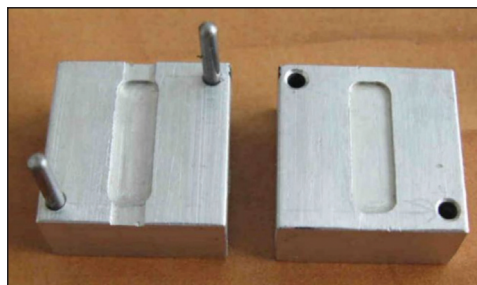
NUSIL MED6020

- Szobahőmérsékleten vulkanizálódó (RTV)
- A hőmérséklet függvényében a vulkanizálódás időtartama beállítható
- Kétkomponensű, A:B → 1:1 arányban keverendő
- Keménység: Shore A 40
- Platinakatalizátoros

3. A bélyeg felépítése

Az előzőekben ismertetett vezető anyagokból 0,5 mm vastagságú lapok készíthetők, amelyekből azután 3,5 mm széles és 30 mm hosszúságú szenzorok vágathatók ki, a nyúló hossz 20 mm. A kialakított nyúlásmérők már így is alkalmazhatók mérésekre, azonban a biokompatibilitás biztosítására egy 0,5 mm vastagságú külső réteggel borítandó be az alapszenzor. Egy beültetendő bioszenzor biokompatibilis bevonatának megvalósítására szintén történtek kísérletek.⁷⁸ A mintadarabok elkészítése két lépésben volt lehetséges. A vezető szilikon nyúlásmérő bélyegekhez már rendelkezésre álltak présszerszámok, így azok előállítása a már meglévő eszközök segítségével történt. Az így kapott lapokból kivághatók voltak az előzőek során ismertetett hosszúkás, alakpént szolgáló darabok.

Ezek után a bevonat az 1. ábrán látható, saját fejlesztésű és a BME MOGI Tanszéken legyártott présszerszám segítségével hozható létre, amelynek a közepén helyezhető el a vezető



1. ábra. Présszerszám a bevonat elkészítéséhez



2. ábra. Kész mintadarab

szenzor úgy, hogy a biokompatibilis anyag körülveszi azt. A prészszerző anyag ALMgSi1 alumíniumötvözet. Az anyagjellemzőkre és mechanikai szilárdságra vonatkozó különleges kritérium nem volt, fontosabb szerepet játszott a megmunkálás pontossága és az illesztőfuratok elhelyezése.

A szerző méretezése a meglévő nyúlásmérőkhöz igazodik, azok deformálása nélkül képes minimálisan feszített állapotban tartani a szerző üregének közepén, így a biokompatibilis szilikon tökéletesen képes körülvenni a bélyeget (2. ábra).

A vezető nyúlásmérő tisztítása, előkészítése után a biokompatibilis szilikon előállítását követik. A komponensekből előállítható a kívánt keverék, majd vákuumszivattyú segítségével a keverékben található légbuborékok eltávolíthatók. Az előkészített orvosi szilikonnal kitölthető a két szerzőfélben található bemarás, ezek után helyezhető el a vezető szilikon nyúlásmérő. Az orvosi szilikon betöltése előtt a szerzőfelek belseje is tisztítandó és a szilikon letapadásának megakadályozására egy filmréteget kell létrehozni rajta. A prészszerző után kézzel zárható és behelyezhető a présgépbe.

A prés szempontjából az összeszorító erő másodlagos szerepet játszik, mivel a két szerzőfél záródása után a kialakításból adódóan a belső nyomás nem növelhető.

Sokkal fontosabb szempont a szerző megfelelő hőmérsékleten tartása, ez a felhasznált anyagokat tekintve esetünkben 140 °C volt. Ilyen módon a bevonat maximum 30 perc alatt vulkanizálódik.

4. Mérési módszer

Az előzőekben leírt módszer segítségével négy mintadarab készült, a felhasznált alapanyagok összes kombinációja rendelkezésre áll különböző vizsgálatok végzéséhez. A nyúlásmérők villamos tulajdonságai nem képezik a vizsgálat tárgyát, a mérések célja a bélyegek mecha-



3. ábra. Az Instron 5965 szakítógépe

nikai tulajdonságainak vizsgálata, illetve a két különböző típusú szilikon közötti átmenet jellegének elemzése.

A mechanikai vizsgálatok a nyúlásmérő szilárdságára, a ciklikus megnyújtások során bekövetkező transziens jelenségek felderítésére és a tartósan megnyújtott állapotban tartott mintadarab relaxációs tulajdonságainak elemzésére irányultak.

A nyúlásmérő összetett struktúrájából adódó hatások elektronmikroszkópos vizsgálat segítségével voltak felderíthetők. A villamosan vezető és a biokompatibilis szilikon közötti átmenet különösen érdekes abból a szempontból, hogy a peroxid- és platinakatalizátorok miatt a határfelületeken problémák adódhatnak a megfelelő polimerizációval. A vizsgálatok elvégzésére a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Anyagtudomány és Technológia Tanszéke rendelkezésre bocsátott egy – a 3. ábrán látható – Instron 5965 szakítógépet, valamint egy Philips XL30 pásztázó elektronmikroszkópot.

Elsőként a szakítógépes vizsgálatot kellett elvégezni, mivel ehhez egyben volt szükség a mintadarabokra. A mechanikai vizsgálatok elvégzése után a mintadarabokból szeleteket lehetett vágni, amelyek segítségével az elektronmikroszkópon elemezhető volt a szenzor keresztmetszete.

A szakítógép segítségével elsőként 0,1667 Hz frekvenciájú ciklikus terhelésnek tettük ki a szenzorokat. Útgerjesztést alkalmazva nyújtatlan állapot és 6 mm-rel megnyújtott állapot között mozgattak a nyúlásmérők (ez hozzávetőleg 60% relatív megnyúlást jelent a szabadon maradt hossz [10 mm] alapján).

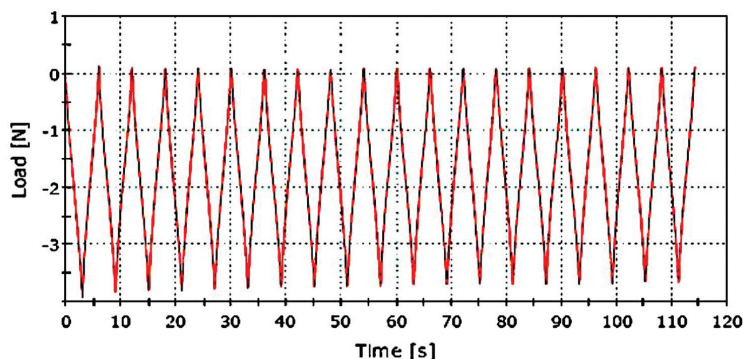
5. Mérési eredmények

5.1. Ciklikus terhelés

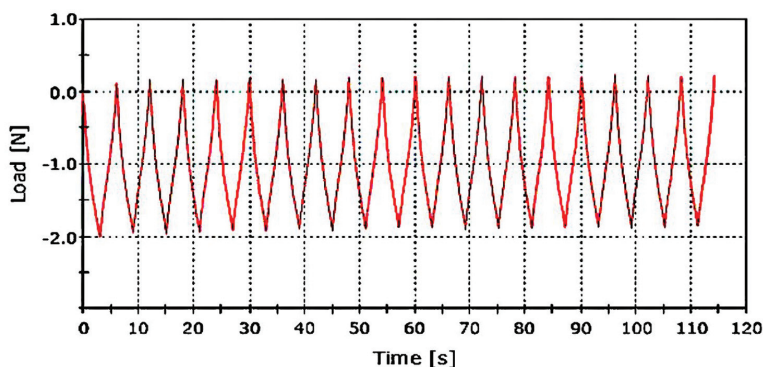
A ciklikus terhelés hatására a periodikus jelen kívül transziens jelenség is megfigyelhető volt. Az első 10–12 ciklus alatt a mért maximális terhelés folyamatosan csökkent egy exponenciális lecsengő függvény szerint, majd beállt egy közel állandó értékre.

Mérések összefoglalása, ciklikus vizsgálat		
R2637 – 6020, 4. ábra	Burkológörbére illesztett függvény: $y = -0,0692 \ln(x) + 1,9799$	Kúszás: 10%
R2637 – 4920, 5. ábra	Burkológörbére illesztett függvény: $y = -0,0732 \ln(x) + 3,9011$	Kúszás: 5,13%
570/70 – 6020, 6. ábra	Burkológörbére illesztett függvény: $y = -0,2276 \ln(x) + 4,8833$	Kúszás: 14%
570/70 – 4920, 7. ábra	Burkológörbére illesztett függvény: $y = -0,2498 \ln(x) + 6,7609$	Kúszás: 10,14%

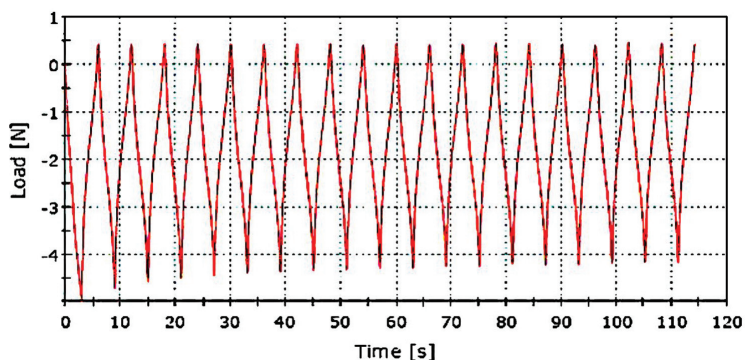
1. táblázat. A ciklikus vizsgálatok eredménye



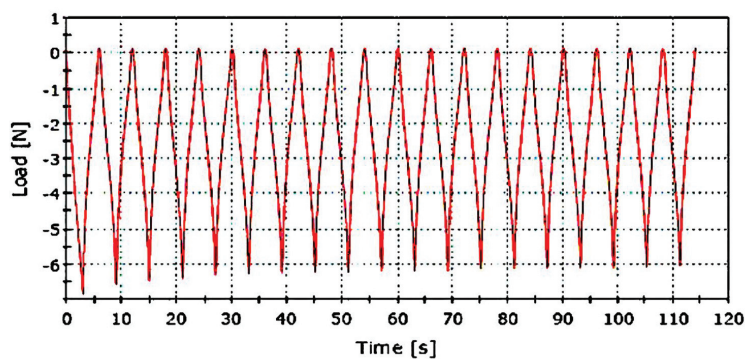
4. ábra.
Ciklikus vizsgálat,
NUSIL
R2637 – MED6020



5. ábra.
Ciklikus vizsgálat,
NUSIL
R2637 – MED4920



6. ábra.
Ciklikus vizsgálat,
ELASTOSIL
R570/70 – MED4920



7. ábra.
Ciklikus vizsgálat,
ELASTOSIL
R570/70 – MED6020

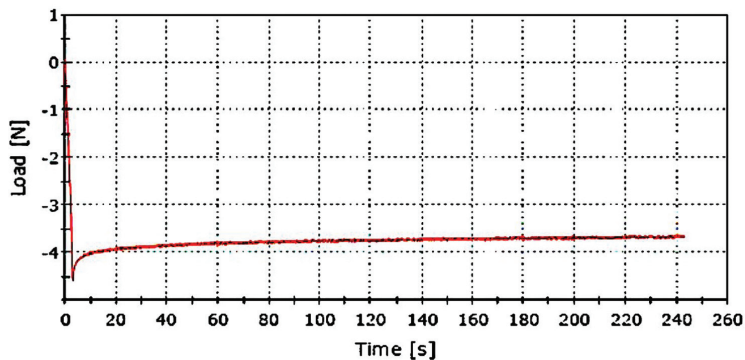
5.2. Statikus terhelés

Minden mintadarab esetén megfigyelhető az exponenciális függvény szerinti, kúszás jellegű jelenség. A relaxáció vizsgálata alatt a mintadarabok folyamatosan megnyújtott állapot mellett mutatott viselkedését vizsgáltuk, nevezete-

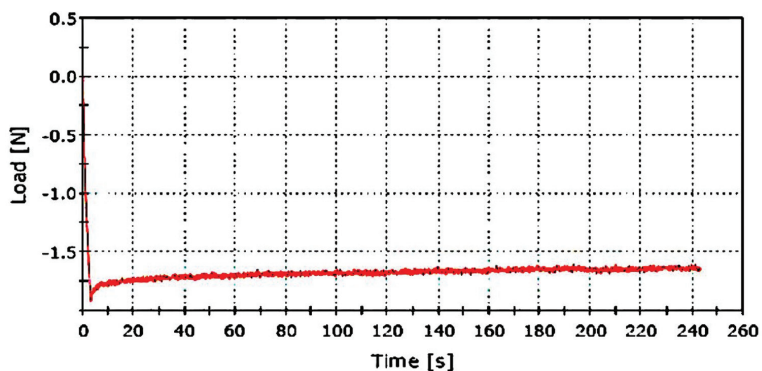
sen hogy megnyújtott állapotban a szenzorban ébredő mechanikai feszültség milyen függvény szerint változik az időben. Itt is megfigyelhető egy lecsengő csökkenés a terhelőerőben, ez azonban arra világít rá, hogy a szenzor leginkább dinamikusan változó jellemzők mérésére alkalmas.

Mérések összefoglalása, statikus vizsgálat		
R2637 – 6020, 8. ábra	Illesztett függvény: $y = -0,3382 \ln(x) + 4,349$	Relaxáció: 19%
R2637 – 4920, 9. ábra	Illesztett függvény: $y = -0,1016 \ln(x) + 1,6829$	Relaxáció: 16%
570/70 – 4920, 10. ábra	Illesztett függvény: $y = -0,2189 \ln(x) + 4,3005$	Relaxáció: 24%
570/70 – 6020, 11. ábra	Illesztett függvény: $y = -0,2985 \ln(x) + 6,621$	Relaxáció: 18%

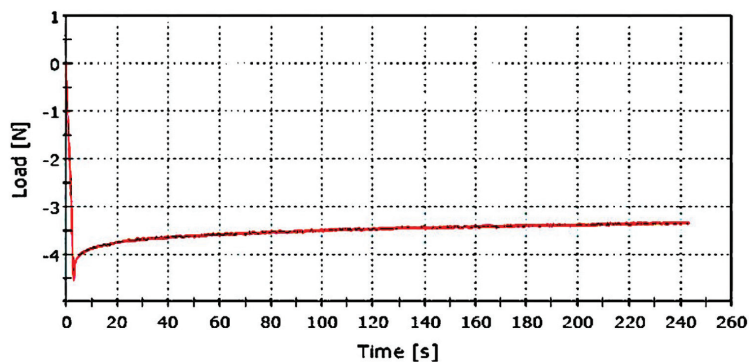
2. táblázat. A statikus vizsgálatok eredménye



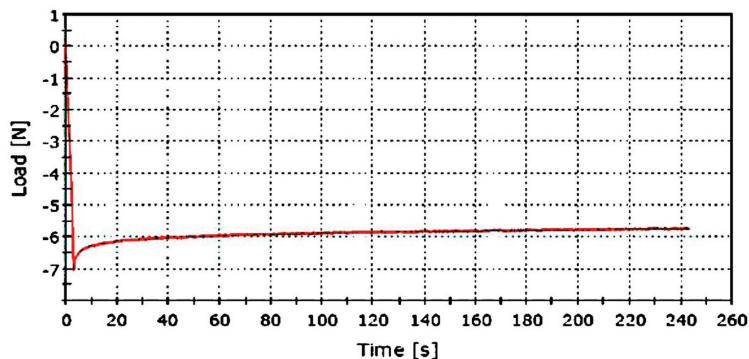
8. ábra.
Relaxációvizsgálat,
NUSIL
R2637 – MED6020



9. ábra.
Relaxációvizsgálat,
NUSIL
R2637 – MED4920



10. ábra.
Relaxációvizsgálat,
ELASTOSIL
R570/70 – MED4920



11. ábra.
Relaxációvizsgálat,
ELASTOSIL
R570/70 – MED6020

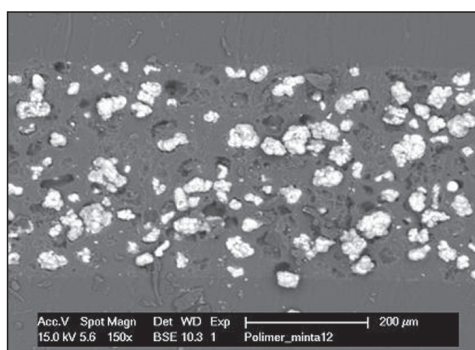
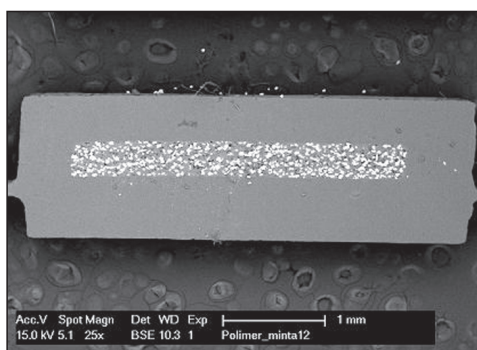
5.3. Elektronmikroszkópos vizsgálatok

Az elektronmikroszkópos vizsgálatok elsősorban arra irányultak, hogy a szenzort alkotó két különböző anyag határfelületéről több információ álljon rendelkezésre. Bár a mechanikai vizsgálatok alapján nem lehetett következtetni rá. Az elektronmikroszkópos felvételeken jól látható, hogy a katalizátor típusától függően nem biztos, hogy a két anyag típus között megfelelő kapcsolat képes létrejönni.

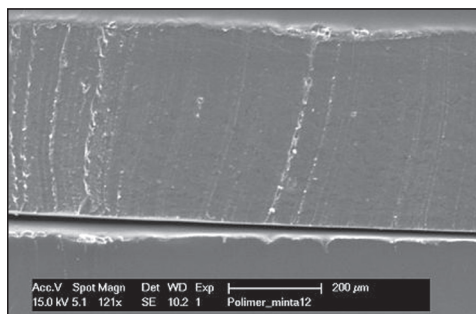
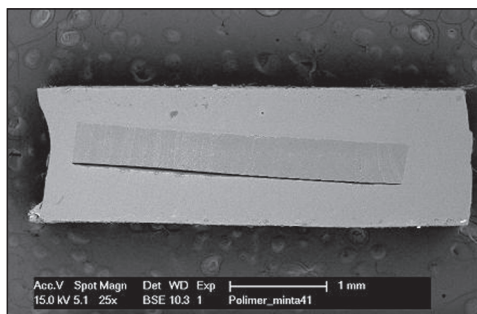
Amennyiben a villamosan vezető és a biokompatibilis szilikon is platinakatalizátoros, a két anyag közötti átmenet mentes a komoly

hibáktól, illetve a két felület nem válik el egymástól. Ha azonban a katalizátor típusa eltérő (peroxid-platina), akkor a határfelületen a polimerizáció nem tud megfelelően végbemenni és a két anyag nagy felületen szétválik.

A 12. ábrán látható a két egymással kompatibilis szilikon határfelülete, valamint az, hogy hogyan képesek egy egységet alkotni. A 13. ábrán a két különböző katalizátor segítségével polimerizálódó szilikon átmenete figyelhető meg. A felső oldalon is megfigyelhető, hogy a két szilikon között egy vékony réteg található, amely különbözik mindkét eredeti anyagtipustól.



12. ábra. A NUSIL R2637 és a NUSIL MED6020 határfelülete



13. ábra. Az ELASTOSIL R570/70 és a NUSIL MED4920 anyagok határfelülete

6. Összefoglalás

A tanulmány keretein belül elkészült egy vilamosan vezető szilikonon alapuló, biokompatibilis réteggel bevont nyúlásmérő bélyeg. A mintadarabokon a gyártás után szakítógéppel segítségével mechanikai, elektronmikroszkóp segítségével pedig strukturális vizsgálatok elvégzésére volt lehetőség.

A vizsgálatok eredményei alapján következtetni lehet a nyúlásmérő viselkedésére, ha beépítésre kerül egy konkrét alkalmazásban, valamint meghatározható az adott feladathoz optimális tulajdonságokkal bíró anyagösszetétel. A későbbiekben a különböző szilikonok közötti határfelület vizsgálatán felül szükség lehet a kész szenzor hosszú távú használata esetén bekövetkező tönkremeneteli jelenségek

vizsgálatára is, mivel a biokompatibilitás a különböző kémiai és mechanikai hatások miatt megváltozhat.^{9,10}

Természetesen indokolt további vizsgálatok elvégzése is, mivel a jelenlegi eszközök alkalmazásával csak egy meglehetősen vastag bevonat létrehozására van lehetőség. Tovább lépést jelentene egy vékonyabb biokompatibilis bevonat készítése, ehhez valószínűleg egykomponensű anyagok lehetnek alkalmasak, amelyek mártással vihetők fel a nyúlásmérő felszínére.

Mindezzel együtt a végzett munka eredményes volt, a kitűzött célok a kutatás elérte, a vizsgálatok használható gyakorlati eredményekre vezettek. A kutatás alapján nyert eredményeket a jövőbeli fejlesztésekkel kiegészítve komplex ismeretek nyerhetők a témában.

IRODALOM

1. Williams D. Revisiting the definition of biocompatibility. Medical device technology 2003 Oct;14(8):10–3.
2. Newman Dorland WA. Dorland's illustrated medical dictionary. Philadelphia: W. B. Saunders Company; 2011.
3. Landau SI, Becker EL, Manulia A. International dictionary of medicine and biology. New York: Wiley; 1986.
4. Sebestyén KG. Lóláb inainak terhelésvizsgálatához valóságghú modell készítése [TDK dolgozat]. 2007.
5. Lőrinczi OB. Villamosan vezető szilikon alkalmazása szenzorokhoz [TDK dolgozat]. 2008.
6. Flandin L, Brechet Y, Cavaille JY. Electrically conductive polymer nanocomposites as deformation sensors. Compos Sci Technol 2001;61(6):895–901, doi:10.1016/S0266-3538(00)00175-5.

7. *Alcantar NA, Aydil ES, Israclachvili JN.* Polyethylene glycol-coated biocompatible surfaces. *J Biomed Mater Res* 2000 Sep 5;51(3):343–51.
8. *Schmidt S, Horch K, Normann R.* Biocompatibility of silicon-based electrode arrays implanted in feline cortical tissue. *J Biomed Mater Res* 1993 Nov;27(11):1393–9, doi:10.1002/jbm.820271106.
9. *Neu TR, Van der Mei HC, Busscher HJ, Dijk F, Verkerke GJ.* Biodeterioration of medical-grade silicone rubber used for voice prostheses: a SEM study. *Biomaterials* 1993 May;14(6):459–64.
10. *Meek MF, Jansen K, Steendam R, van Oeveren W, van Wachem PB, et al.* In vitro degradation and biocompatibility of poly(DL-lactide-epsilon-caprolactone) nerve guides. *J Biomed Mater Res A* 2004 Jan 1;68(1):43–51, doi:10.1002/jbm.a.10157.

Ezúton szeretnék köszönetet mondani a Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem Anyagtudomány és Technológia Tanszékének, hogy a Bioanyagok c. PhD tantárgy keretein belül a rendelkezésemre bocsátotta a mérések elvégzéséhez szükséges berendezéseket.

Köszönet illeti Bojtos Attilát a próbadarabok elkészítésében nyújtott szakmai segítségéért.

Lőrinczi Ottó Botond

Budapesti Műszaki és Gazdaságtudományi Egyetem, Gépészmérnöki Kar,
Mechatronika, Optika és Gépészezi Informatika Tanszék
H–1111 Budapest, Bertalan Lajos u. 4–6.
Tel.: (+36) 1 463-2145