

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
**«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г.
ЧЕРНЫШЕВСКОГО»**
(СГУ)

Кафедра физики твердого тела

**«Разработка технологии синтеза и исследование свойств,
минерализованных микрочастицами карбоната кальция волокон
поликарболактона»**

АФТОРЕФЕРАТ МАГИСТЕРСКОЙ РАБОТЫ

студентки 2 курса 2252 группы

направления 11.04.04 «Электроника и наноэлектроника»

институт физики

Султановой Камилы Анатольевны

Научные руководители:
доцент, д.ф.-м.н., доцент
должность, ученая степень, ученое звание


подпись, дата

Сергеев С.А
инициалы, фамилия

ассистент
должность, ученая степень, ученое звание
Зав. кафедрой физики твёрдого
тела:
д.ф.-м.н., профессор
должность, ученая степень, ученое звание


подпись, дата

подпись, дата

Короневский Н.В
инициалы, фамилия

Ал.В. Скрипаль
инициалы, фамилия

Саратов
2023

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время актуальными являются задачи создания органических материалов для их применения в медицине. Карбонат кальция – один из наиболее распространенных минералов на земле и используется в промышленности в различных областях. Волокна поликапролактона являются биоразлагаемым материалом с хорошими механическими свойствами и могут использоваться для создания композитных материалов с улучшенными характеристиками.

Актуальность темы:

Композитный материал на основе микрочастиц карбоната кальция и волокон поликапролактона может также найти применение в области тканной инженерии. Такой материал обладает биосовместимостью и биоразлагаемостью, что делает его более привлекательным для использования в медицинских приложениях. Он может быть использован для создания трехмерных структур, заменяющих поврежденные ткани или органы в организме человека.

Пористые микрочастицы ватерита представляют собой потенциальные контейнеры для доставки лекарственных средств. Модификация полученных микрочастиц карбоната кальция с использованием наночастиц магнетита позволяет контролировать их поведение с помощью внешнего магнитного поля, что делает их привлекательными для медицинских приложений.

Целью данной работы является разработка технологии синтеза и исследование свойств, минерализованных микрочастицами карбоната кальция (ватерита), волокон поликапролактона.

Для достижения данной цели ставились следующие **задачи**:

- 1 Проведение научно-технического литературного обзора;
- 2 Разработка и апробация технологий синтеза, исследуемого композитного материала;

3 Исследование морфологии поверхности синтезированных образцов с помощью сканирующей электронной микроскопии;

4 Исследование структуры фазового состава синтезированных образцов с помощью рентгеновской дифракции;

5 Исследования скорости перекристаллизации микрочастиц ватерита в кальцит, входящих в состав композитного материала.

Структура и объем работы: по своей структуре работа состоит из введения, 3-х глав, заключения и списка используемых источников. Работа изложена на 56-и страницах машинописного текста, содержит 23 рисунка, 4 таблицы и список литературы из 47 наименований.

Основное содержание работы

В введении обосновывается актуальность выбранной темы и решаемых задач, формируется цель исследования и ставятся задачи.

В разделе 1 проведен анализ научно-технической литературы, посвящённой исследованиям микрочастиц карбоната кальция, наночастиц магнетита, волокон поликапролактона, сканирующей электронной микроскопии и рентгеноструктурному анализу.

В разделе 2 описаны материалы и оборудование, используемые в работе, а также исходный метод синтеза, метод УЗ обработки и синтез микрочастиц карбоната кальция, модифицированных наночастицами магнетита на волокнах поликапролактона. Для исследования полученных образцов использовалась сканирующая электронная микроскопия и рентгеноструктурный анализ. Методом Ритвельда был проведён анализ массовой доли микрочастиц ватерита и кальцита от общей массы карбоната кальция.

Раздел 3 посвящен исследованию перекристаллизации микрочастиц карбоната кальция, выращенных на волокнах поликапролактона модифицированных и не модифицированных наночастицами магнетита.

Микрочастицы CaCO_3 были получены применением водных растворов дигидрата хлорида кальция (CaCl_2 , Sigma-Aldrich Chemie) и карбоната натрия (Na_2CO_3 , Sigma-Aldrich Chemie).

Для получения полимерных волокон использовались: поликапролактон (Aldrich) $[-(\text{CH}_2)_5-\text{CO}_2-\text{O}-]_n$, с молекулярной массой – 80 а.е.м. метановая и этановая кислоты.

Коллоидный раствор наночастиц магнетита был получен с использованием хлорида железа (II) (FeCl_2), хлорида железа (III) (FeCl_3), гидрата оксида натрия (NaOH) и лимонной кислоты ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7$).

В ходе работы использовалось следующее оборудование:

1. Полученные образцы исследовали методом сканирующей электронной микроскопии (аналитический комплекс на базе сканирующей электронной микроскопии высокого разрешения TESCAN Mira II LMU).

2. Для проведения анализа фазового состава использовался рентгеновский дифрактометр ДРОН-8Т (АО «ИЦ»Буревестник», Россия, Санкт-Петербург).

Наночастицы магнетита были получены методом химического осаждения. Процесс осаждения происходит в два этапа: когда концентрация вещества достигает критического пересыщения, начинается процесс быстрого зародышеобразования, затем зародыши медленно растут путем диффузии растворенных веществ к поверхности кристалла.

Концентрация коллоидного раствора наночастиц магнетита составляла 1,8 мг/мл, средний диаметр частиц магнетита равен 6 ± 1 нм. Установка, применяемая для синтеза коллоидного раствора магнетита, представлена на рисунке 1.

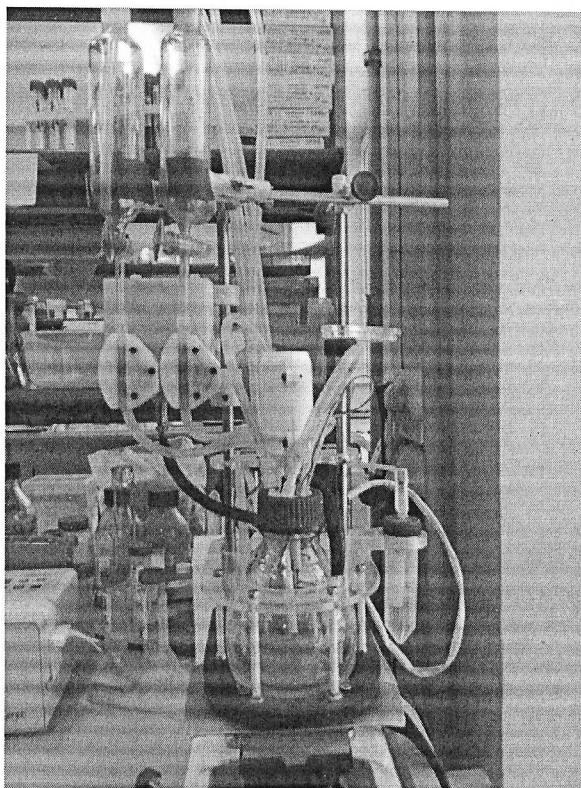


Рисунок 1 – Установка, используемая для получения коллоидного раствора наночастиц магнетита

В данной работе микрочастицы карбоната кальция модифицируются наночастицами магнетита, которые могут рассматриваться как в качестве целевого назначения (управления магнитными полями, подавление радиоволн), так и в качестве модельного агента, подходящего по своим характеристикам для процесса инкапсуляции.

В методе УЗ-обработки волокна поликапролактона и микрочастицы карбоната кальция, сформированные на волокнах поликаролактона, предварительно выдерживаются в растворе наночастиц магнетита в течение 1 минуты, что должно позволить инкапсулировать больше наночастиц магнетита.

Алгоритм метода УЗ-обработки представлен на рисунке 2.

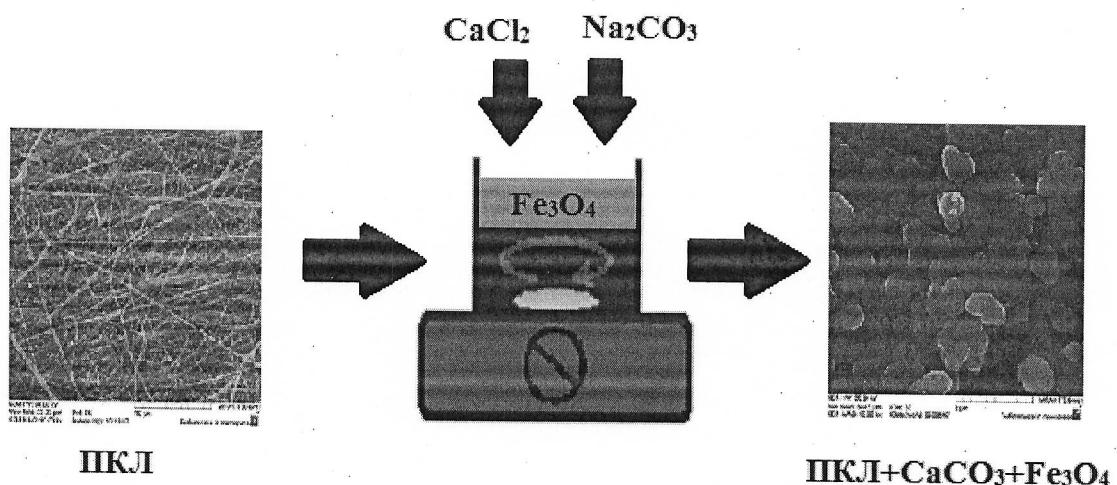


Рисунок 2 – Метод УЗ-обработки

- 1 Образец нановолокон размещается в пробирке с 0,6 мл раствором наночастиц магнетита и подвергается ультразвуковой обработке в течение 1 – 5 мин.
- 2 В пробирку добавляется 0,6 мл раствора солей CaCl_2 .
- 3 В процессе УЗ обработки добавляется 0,6 мл раствора Na_2CO_3 , после чего пробирка находится в УЗ ванне ещё в течение 1 мин.
- 4 Пробирка вынимается из УЗ ванны после 1 мин. и остается в состояние покоя.

5 Образец микрочастиц карбоната кальция, модифицированных наночастицами магнетита, выращенных на волокнах поликапролактона изымается из пробирки и промывается этиловым спиртом, после чего высушивается в сушильном шкафу при температуре 45°C в течение 10 - 15 мин.

На рисунке 3 представлены СЭМ-изображения образцов, полученных методом УЗ-обработки.

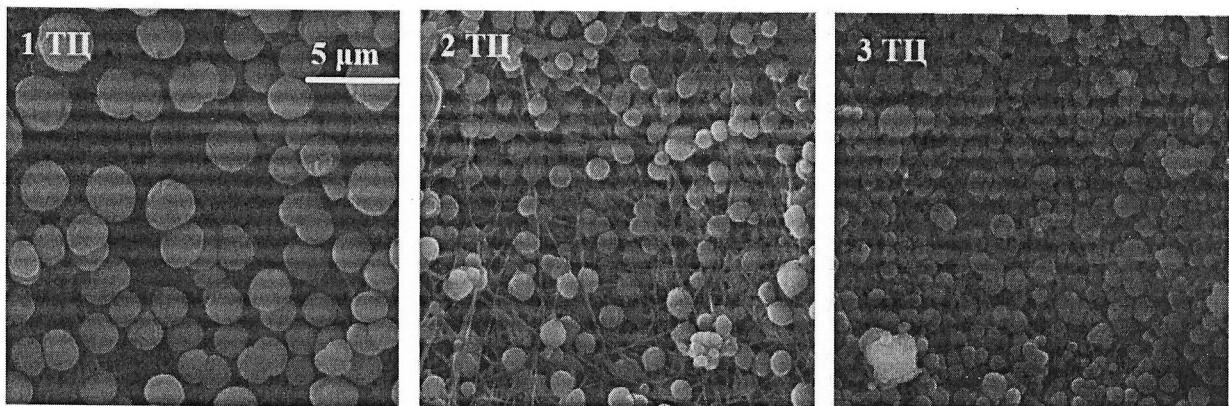


Рисунок 3 – СЭМ-изображения минерализованных CaCO_3 нановолокон методом ультразвуковой обработки (три технологических цикла)

Размерное распределение частиц карбоната кальция представлены на рисунке 4.

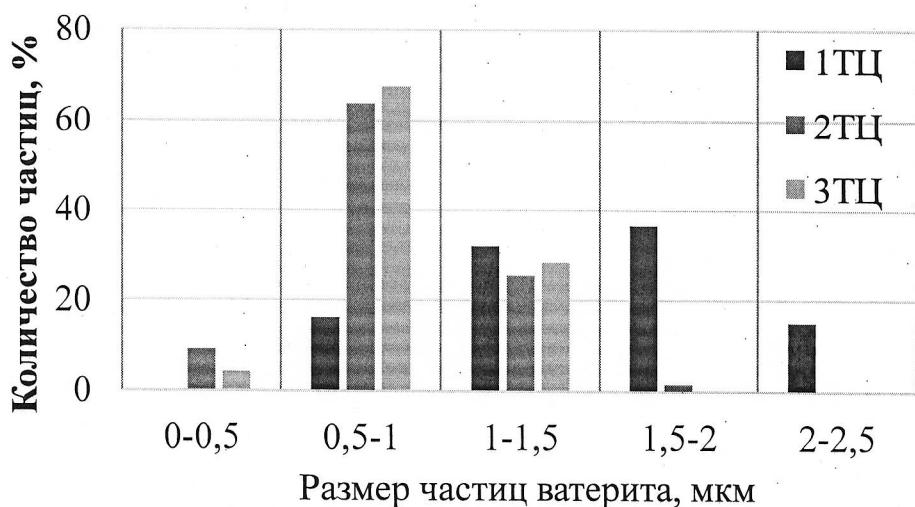


Рисунок 4 – Зависимость размера микрочастиц CaCO_3 от числа проведенных технологических циклов для образца, полученного методом УЗ-обработки

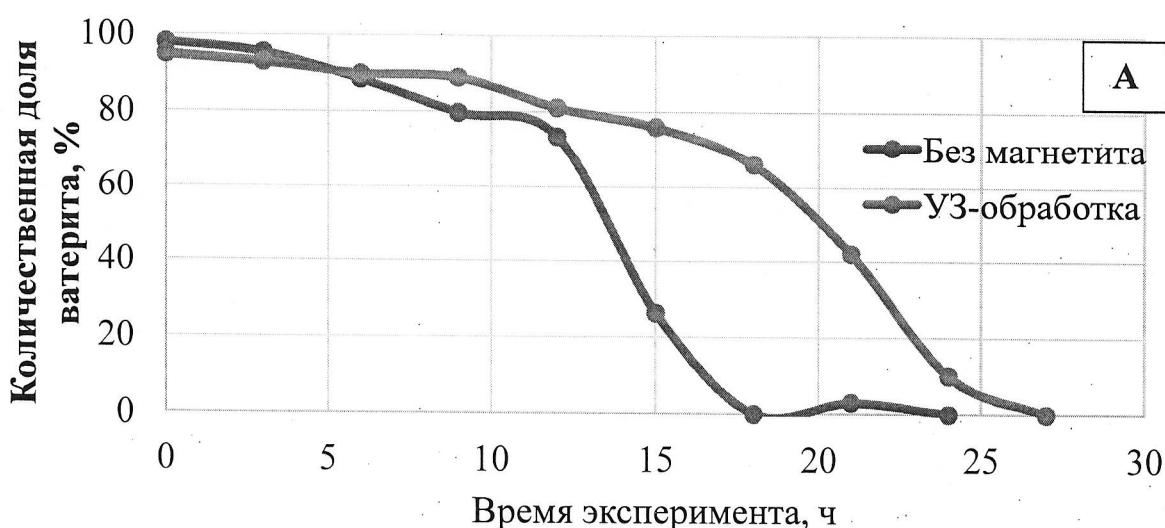
Представленные данные показывают, что размер частиц и рассеивание размеров уменьшаются с каждым циклом, плотность заполнения и, следовательно, площадь поверхности возрастает.

Рентгеноструктурный анализ (XRD) показывает, что массовая доля ватерита существенно превышает долю кальцита. Обработка полученной дифрактограммы методом Ритвельда показала, что соотношение магнетит, кальцит и ватерит соответствует 1:1:18.

Проведя сравнение количественных характеристик образцов с инкапсулированным магнетитом, можно сделать вывод, что метод УЗ - обработки улучшает морфологию образца, замедляет образование кальцита, а также позволяет инкапсулировать большее количество наночастиц магнетита.

Модификация кальцит образуется не только в процессе минерализации, но и в процессе перекристаллизации ватерита. В связи с этим, необходимо исследовать время жизни ватерита в нановолокнах, а также скорость перекристаллизации в образце из модификации ватерит в модификацию кальцит.

На рисунке 5 приведено сравнение процесса перекристаллизации.



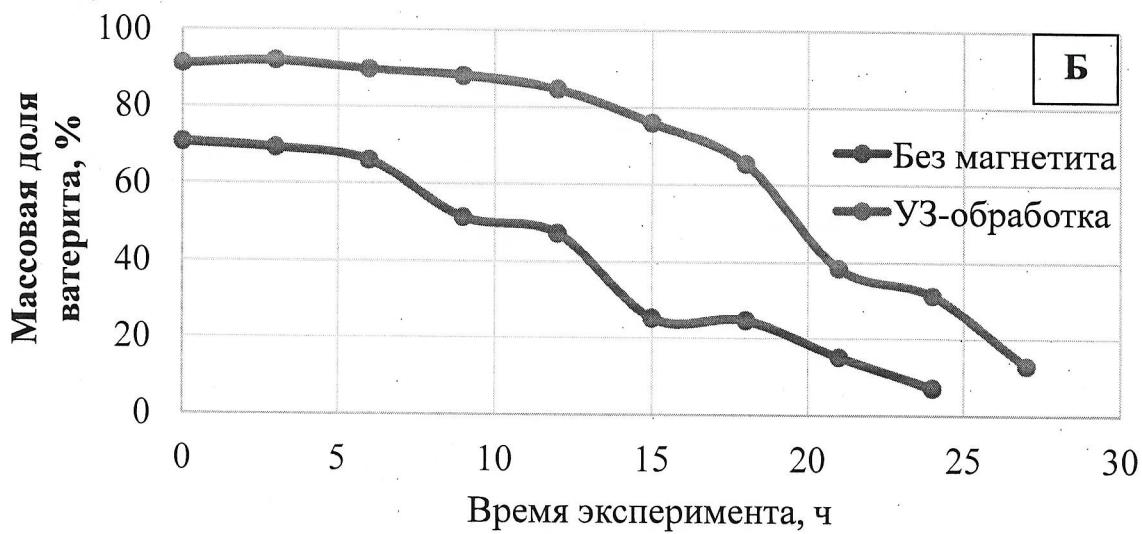


Рисунок 23 – Зависимости массовой (А) и количественной (Б) долей микрочастиц ватерита и манетита, относительно микрочастиц карбоната кальция от длительности эксперимента

Из графиков следует, что процесс перекристаллизации в образце, полученном методом УЗ-обработки, протекает медленнее, чем в минерализованных волокнах поликарболактона не содержащих наночастицы магнетита.

Проведенные исследования показывают, что наночастицы магнетита не только загружаются в неравном количестве в микрочастицы ватерита, которыми были минерализованы волокна поликарболактона, но и по-разному влияют на процесс перекристаллизации образцов композитного материала.

Скорость процесса перекристаллизации образца, синтезированного методом УЗ-обработки, по сравнению с минерализованным контрольным образцом материала замедлилась.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

В результате выполнения выпускной квалификационной работы:

1. Был проведен обзор научно-технической литературы;
2. Методами минерализации волокон и ультразвуковой обработки были синтезированы образцы композитного материала, состоящего из волокон поликапролактона, микрочастиц карбоната кальция и наночастиц магнетита;
3. С помощью сканирующей электронной микроскопии и рентгеновской дифракции была исследована морфология поверхности, фазовая структура и скорости перекристаллизации образцов синтезированного композитного материала;
 - Композитный материал, полученный методом минерализации волокон поликапролактона демонстрирует достаточно однородное покрытие, высокую массовую долю микрочастиц кальцита и время перекристаллизации равное 21 – 24 ч.
 - Композитный материал, полученный методом УЗ обработки отличается высокой однородностью, низкой массовой долей микрочастиц кальцита, что увеличивает время перекристаллизации до 27 часов, так же подтверждена инкапсуляция наночастиц магнетита, полное высвобождение которого занимает 15 часов.
4. Встраивание наночастиц магнетита в композитный материал на основе микрочастиц карбоната кальция и волокон поликапролактона методом ультразвуковой обработки, способствует повышению однородности и стабильности, сформированного ватеритного покрытия, а также продлевает срок его службы.

