

Laboratorní úloha: Změny vlastností plazmaticky modifikovaných polymerů - substrátů pro růst buněk

Vedoucí práce: Ing. Iva Labíková Ph.D

Při pracovní činnosti a pobytu v laboratoři musí být respektovány tyto pokyny a zásady bezpečné laboratorní práce. Před začátkem laboratorní práce student svým podpisem potvrdí, že byl řádně poučen (ve smyslu BOZP a PPO) v rozsahu potřebném pro absolvování úlohy a před používáním přístrojů byl seznámen s jejich obsluhou.

Pokyny pro práci v laboratoři:

- 1) Do laboratoře musí student přijít včas a řádně připraven.
- 2) Student je povinen seznámit se se základními pokyny bezpečnosti práce v konkrétní laboratoři, Provozním řádem laboratoře, Laboratorním řádem a instrukcemi pro bezpečné zacházení s používanými přístroji. Tyto pokyny je povinen student dodržovat. Nedodržení pokynů či porušení zásad bezpečnosti práce může mít za následek vyloučení z laboratorního cvičení.
- 3) V laboratoři není povoleno kouřit, jíst, pít ani vnášet jakékoliv nápoje a potraviny.
- 4) Studenti jsou povinni se na každé praktické cvičení předem připravit – předem prostudovat pracovní návod dané úlohy, seznámit se s teoretickým základem dané úlohy a pracovním provedením úlohy.
- 5) Studenti se musí řídit písemnými a/nebo ústními pokyny vedoucího práce a smějí provádět pouze práce uvedené v návodu (příp. specifikované vedoucím práce) k dané úloze. Pokud jakákoliv instrukce nebo její část není dostatečně srozumitelná, je student povinen požádat vedoucího práce o vysvětlení.
- 6) Studenti nesmí samovolně měnit předepsaný postup práce, ani provádět práce, které nesouvisí se splněním dané úlohy. Taktéž je zakázáno používat přístroje v laboratoři bez předchozího svolení a instruktáže vedoucího práce.
- 7) Při práci v laboratoři musí být student vhodně oblečen a obut a musí používat ochranné pomůcky (pracovní plášť, další (jiné) pomůcky budou upřesněny vedoucím práce).
- 8) Pokud student zjistí nebo má podezření, že došlo k poškození vybavení laboratoře, oznámí to okamžitě vedoucímu práce. Dojde-li k úrazu, je nezbytné okamžitě poskytnout první pomoc. Každé poranění, poleptání, požití látky, stejně jako nevolnost, točení hlavy a podobné, je nutné neprodleně hlásit vedoucímu práce.
- 9) Před opuštěním laboratoře a ukončením laboratorní práce jsou studenti povinni uvést svá pracovní místa do původního stavu.
- 10) Pozdní příchod bez předchozí domluvy, nekázeň, neznalost prováděné úlohy nebo nedodržování bezpečnostních předpisů, stejně tak jako nepřipravenost, může vést k vykázání studentů z laboratoře a zamezení absolvování laboratorní práce.

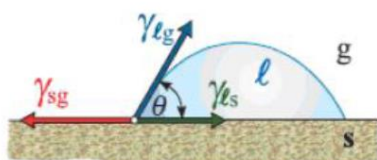
Teoretický úvod:

Plazmatická modifikace polymerů

Polymerní materiály jsou velmi často využívány pro své výhodné mechanické vlastnosti, odolnost a snadnou výrobu při minimálních nákladech. Jejich povrchové vlastnosti, především adheze, smáčivost, biokompatibilita a další, mohou být pro mnoho aplikací nedostačující. Efektivní metodou vedoucí ke změně požadovaných parametrů povrchu je např. modifikace plazmatickým výbojem. Polymerní povrch má obecně nízkou reaktivitu. Použití fyzikální modifikace vyžaduje využití vysokoenergetických částic, kterými je inertní povrch polymeru bombardován. Většina modifikací je prováděna tzv. nízkoteplotním neboli „studeným“ plazmatem. V případě užití „studeného“ plazmatu zůstává teplota iontů a neutrálních částic „nízká“, nedochází při jejich kontaktu se substrátem k tepelnému poškození substrátu. Tento postup umožňuje modifikaci látek citlivých na teplo. Tento typ plazmatu může být generován mnoha způsoby např. koronárním výbojem, UV-zářením, rentgenovým svazkem, gama-zářením. Expozici polymerního povrchu plazmatem dochází ke třem hlavním efektům: povrchové ablaci či leptání, polymeraci a modifikaci chemické struktury exponovaného substrátu.

Změny, ke kterým vlivem působení plazmatického výboje dochází, vedou většinou k významné změně smáčivosti povrchu, tu lze jednoduše stanovit pomocí měření kontaktního úhlu.

Kontaktní úhel, povrchová energie



Měření kontaktního úhlu je metoda charakterizace povrchu pevných materiálů. Interakce mezi pevnou látkou a kapalinou hraje klíčovou roli v porozumění chemických a fyzikálních procesů v mnoha průmyslových odvětvích. Lepení, barvení, čištění a podobné průmyslové technologické procesy jsou závislé na tom, jak kapalina

smáčí povrch tuhé látky. Smáčivost je vlastnost kapaliny přilnout k povrchu pevných látek. Může být charakterizována kontaktním úhlem, který svírá tečna k povrchu kapaliny v místě dotyku kapky s povrchem tuhé fáze. Kontaktní úhel je jednou z mála přímo měřitelných vlastností třífázového rozhraní pevná látka / kapalina / plyn. Čím je hodnota kontaktního úhlu nižší, tím je povrch tuhé látky danou kapalinou více smáčen. S využitím přímého měření kontaktního úhlu můžeme stanovit volnou povrchovou energii zvolených tuhých materiálů, protože doposud není známá žádná univerzální přímá metoda pro její stanovení. Existují různé numerické modely pro stanovení povrchové energie tuhé látky z naměřených kontaktních úhlů kapalin (o známém povrchovém napětí), např.: Zismanův model, Fowkesův model, OWRK model atd. Měření kontaktního úhlu a následné stanovení povrchové energie je průmyslově vhodná metoda pro svou rychlost, finanční nenáročnost, dobrou přesnost a citlivost. Kontaktní úhel lze měřit různými způsoby záviselými na přístrojovém vybavení, požadované rychlosti a přesnosti měření. Dříve se měření prováděla pomocí jednoduché optiky. V současné době je obvykle využívána CCD kamera pro záznam tvaru kapky spolu s následujícím softwarovým vyhodnocením.

Cíl práce:

Cílem práce je plazmaticky modifikovat polymerní folie PE a stanovit změny způsobené touto modifikací.

Úkol:

Za použití inertního plynu Ar plazmaticky modifikujte dva typy polymerní folie PE – HDPE a LDPE. Podmínky modifikace budou následující: doba modifikace 50 a 300 s, výkon 3 a 8 W. Na původních a modifikovaných vzorcích změřte pomocí destilované vody a glycerolu kontaktní úhel a pomocí softwaru vypočítejte povrchovou energii „ihned“ a 1 týden po modifikaci. Stanovte změny hodnot kontaktních

úhlů a povrchové energie (metodou Owens-Wend), zjistěte, zda se kontaktní úhly mění s časem – zda vzorky stárnou. Získané hodnoty diskutujte, porovnejte s literaturou a zpracujte do protokolu.

Před samotnou prací se seznamte s používanými přístroji, chemikáliemi (bezpečnostní listy jsou volně dostupné v laboratoři) a používejte doporučené ochranné pomůcky.

Příprava vzorků

Z HDPE a LDPE folie připravte za použití výsečnicku 40 vzorků o průměru 20 mm. Nástřihem v horní části si vzorky označte.



Materiál, pomůcky a přístroje

- 1) Folie HDPE a LDPE
- 2) Pinzeta, výsečník, nůžky
- 3) Plastové Petriho misky
- 4) Goniometr See Systeme
- 5) Destilovaná voda
- 6) Glycerol
- 7) Automatická pipeta

Plazmatická modifikace – postup

- 1) Před depozicí pusťte Ar a chladicí vodu do systému.
 - 2) Vzorky modifikujte plazmatem na přístroji Balzers SCD 050 firmy BAL-TEC v režimu leptání (přepínač 3 v režimu etching - viz schéma přístroje). Vzorky modifikujte pouze z jedné strany.
 - 3) Vzorky umístěte na spodní elektrodu (vzdálenost od anody je 5,5 cm), poté zapnete tlačítko 16 a současně lehce přitlačíte rukou díl 10 a 12.
 - 4) Na časovači nastavte dobu modifikace.
 - 5) Pracovní komoru nechte vyčerpat na tlak 2 Pa.
 - 6) Poté stiskem tlačítka 14 spustíte výboj. Použitím ventilu 6 nastavte tlak v průběhu depozice na hodnotu přibližně 8 Pa. Nastavte požadovaný proud (vypočtete ze známé hodnoty výkonu). Následně zavřete clonu – spustí se automatický odpočet.
 - 7) Po uplynutí zvoleného času se modifikace sama ukončí, přístroj vypněte tlačítkem 16, vyčkejte na zavzdušnění přístroje.
 - 8) Vyjměte vzorky a uložte je do PE sáčků popř. plastových Petriho misek.
- V zařízení lze modifikovat max. 4 ks vzorků najednou.
- Po ukončení plazmatické modifikace zavřete tlakovou lahev argonu a uzavřete přívod chladicí vody. Uklidte pomůcky pro modifikaci i prostor, kde jste pracovali.

Měření kontaktního úhlu

Měření provádějte na goniometru See Systém firmy Advex Instruments. Spustěte program See Systeme. V záložce "camera" vyplňte název vzorku. Na vzorek naneste automatickou pipetou (Brand typu Tranferpette® electronic) kapku kapaliny objemu 8 µl. Pomocí šroubů zaostřete na kapku a poté ji zmáčknutím „capture“ vyfoťte. Vzorek pootočte a následně postup alespoň 4x zopakujte. Měření provádějte vždy na dvou vzorcích (shodných), měření nikdy neopakujte na místě, kde již byla kapka kápnuta. Po získání fotografií vyhodnoťte obrázky. V pravém sloupci je uveden seznam všech vyfocených kapek, kliknutím na příslušný název obrázek zobrazíte. Vyhodnocení probíhá trojbodovou metodou, ke které je nutno označit 3 body na kapce – body dotyku kapky a polymeru a poté nejvyšší místo na kapce. Po označení těchto 3 míst program automaticky vypočítá hodnotu kontaktního úhlu. Všechna data je nutné ukládat – po vyhodnocení první kapky je nutno zmáčknout "new liquid" (dojde k vytvoření tabulky). Uložení vyhodnoceného obrázku a hodnoty kontaktního úhlu se provádí stiskem

"add" a "save". Po vyhodnocení v záložce „calculation“, v horní části tabulky vyberte z nabídky měřící kapalinu, kterou jste použili.

POZOR – při změně kapaliny popř. vzorku (jiná modifikace, jiný polymer) je nutné vytvořit novou tabulku (stisk new liquid).

Pro změření použijte obě dvě kapaliny - destilovanou vodu i glycerol.

Stanovení hodnoty povrchové energie

Hodnotu povrchové energie stanovte za použití metody Owens-Wend. V horní liště v záložce "calculation" vyberte "models" a poté metodu, kterou budete při vyhodnocování používat. Zobrazí se tabulka s nabídkou sloupců, které lze pro výpočet využít. Zmáčkněte a držte tlačítko shift na klávesnici a klikněte - vyberte 2 sloupce, v nichž jsou uvedeny hodnoty kontaktních úhlů pro daný vzorek získané pomocí obou kapalin (např. 1. sloupec s daty odpovídající kontaktním úhlům vzorku původního HDPE získané pomocí destilované vody, 2. sloupec s daty odpovídající kontaktním úhlům vzorku původního HDPE získané pomocí glycerolu). Po zvolení sloupců dojde k výpočtu, získaná data jsou automaticky zobrazena v záložce "reports". Tento postup opakujte pro všechny vybrané vzorky.

Naměřené a vypočtené hodnoty si zaznamenejte.

Po ukončení měření použité pomůcky i pracovní prostor ukliděte.

Laboratorní protokol:

Získané výsledky zpracujte (uved'te naměřené hodnoty - průměrné hodnoty včetně odchylky) v laboratorním protokolu. Uved'te a komentujte (zdůvodněte) změny hodnot kontaktních úhlů a povrchové energie v závislost na provedené modifikaci (čase a výkonu plazmatického záření) a stáří vzorku. Komentujte, k jakým jevům (procesům) dochází při plazmatické modifikaci na povrchu polymerních materiálů.

Protokol bude obsahovat: jméno studenta (studentů), datum, název práce, úvod (co a proč se měří), experimentální část (stručně), výsledky, diskuzi a závěr. Text uvedený v protokolu nesmí být pouhým přepisem návodu k laboratorní práci. Pokud je použita odborná literatura, musí být v textu správně citována. Protokol může odevzdat každý student zvlášť sám za sebe nebo může být odevzdán za celou skupinu. Před odevzdáním si prosím zkontrolujte, že protokol splňuje požadavky na obsahovou správnost, formální i jazykovou kulturu.

V rámci celkového hodnocení laboratorní práce bude hodnocen nejen protokol, ale bude přihlédnuto také k samostatné přípravě na laboratorní práci, k zapojení jednotlivých členů týmu do řešení a provádění laboratorní práce.

Protokol doneste osobně vedoucímu práce nebo zašlete na email iva.labikova@vscht.cz

Stolní naprašovací zařízení Sputter Coater SCD 050

