

DSC对特种医用管材的 结晶度分析

No.TA-005

摘要： 本文应用差示扫描量热仪（DSC）分析特种医用导管材料的热学性能。并通过热分析图谱计算材料的玻璃化转变温度和结晶度，确定管材材料的基本性能和应用方向。

关键词： DSC 医药 特种管材 结晶度 Tg。

冠心病的困扰促使医生们迫切地寻找新技术和新材料，将其应用于微创手术中。介入心脏病学家已开始利用有特种导管的支架来伸展对抗心血管疾病，这无疑是一个全新的时代。目前约80 - 90%的心脏介入手术均使用冠状动脉支架。最近3年药物洗脱支架市场已达50亿美元，远超出了人们的预期。这些产品具有设计良好的通畅性以及治疗再狭窄的技术，解决了外科医生们早先面临的困难。

药物洗脱支架作为创新技术产品，它的困难在于置入技术。迂曲的血管对导管材料提出特殊的要求。导管的材料需要具有良好的机械特性，能够耐受极端的温度、巨大的压力和腐蚀性液体。高分子聚合物在医疗器械发展和人体探查的应用中发挥着重要的作用。控制大分子结晶及方向是晶核形成和晶体结构控制的重要方法。通过该方法可获得高度结晶化的材料，晶体几何尺寸可小于150 nm。该材料超过40%的结晶度超越了此前公布的任何研究成果。此研究结果对于连续工作温度达400℃（高于聚合物的熔点）以及介电强度要求高的领域具有重要的意义。聚合物良好的内在纯度、润滑性以及出色的热和机械特性，使其成为高端医疗应用的理想之选。

为了保证医用器材的质量安全，导管材料必须进行相应的质量检测才能够应用到手术中。而在众多方法中，热分析DSC的方法因为能够有效，快速的测定材料的结晶度和玻璃化温度，确定材料的基本性能，而成为医药管材质量检查的重要手段。

■ 实验部分

1、仪器及试剂

Shimadzu DSC-60 A差示扫描量热仪

TA-60WS热分析工作站

FC-60A气体流量控制器

SSC-30样品密封/卷边器

shimadzu 十万分之一电子天平

2、分析条件

升温速度：10 °C/ min

升温范围：室温至230°C

氛 围：氮气氛围

气体流速：50 mL/min

冷却方式：风冷

坩 埚：铝坩埚

3、样品前处理方法

取特殊医用导管一根，剪成小段。准确称量4 mg，放置到铝坩埚中，加盖，压制，待测。

结果与讨论

1、玻璃化温度的检测

样品坩埚230℃热处理10 min后，冷却至室温。分别以10 °C/min，20 °C/min，40 °C/min的升温速度依次分析样品，得到热分析图谱如下：

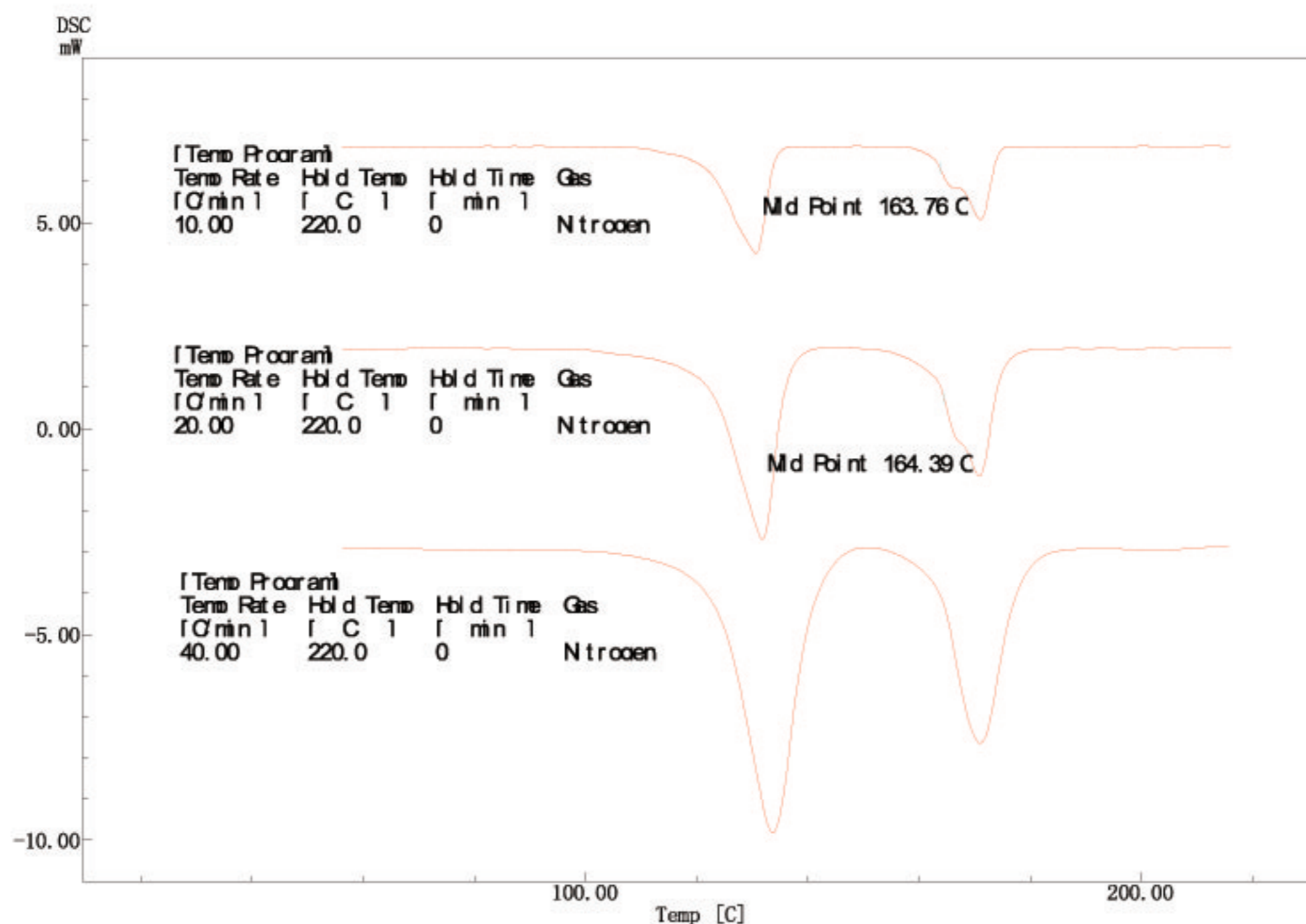


图1 不同升温速度的玻璃化转变温度

如上图所示，玻璃化转变温度随着升温速度的提高而拐点变大，直到玻璃化转变台阶和熔融峰完全重合在一起，而熔融峰本身大小不变。说明163.76℃是管材的玻璃化转变温度。

2、结晶度的测量

直接测量样品。得样品的DSC图谱如下：

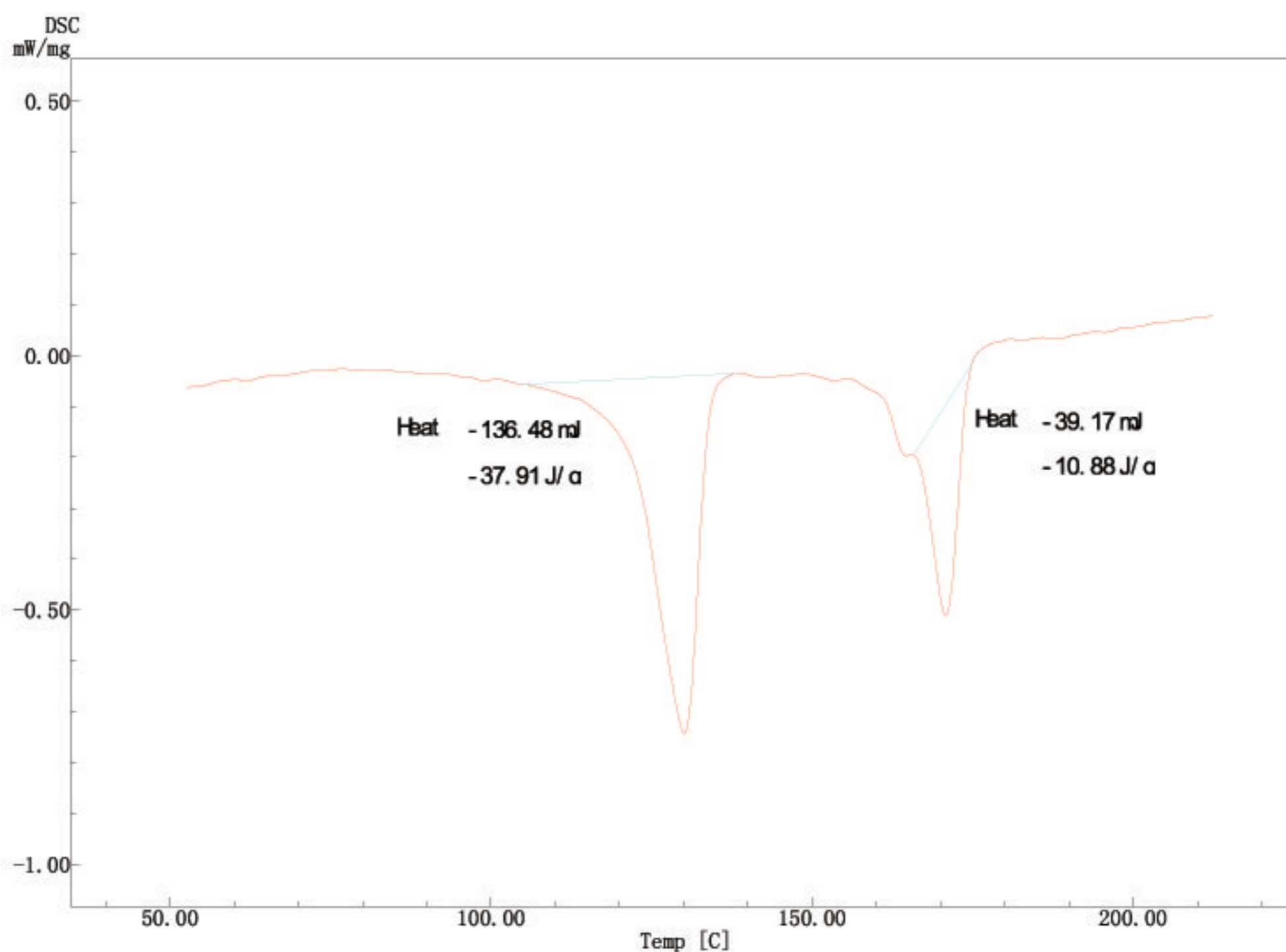


图2 熔融峰

如上图所示，第一个熔融峰的焓变 ΔH 为 -37.91 J/g ，第二个熔融峰的焓变 ΔH 为 -10.88 J/g ，第一个焓变明显大于第二个焓变，所以以第一个熔融峰为结晶度计算的熔融峰。

分别测量标准结晶B和样品导管A的热焓变化，得DSC图谱如下：

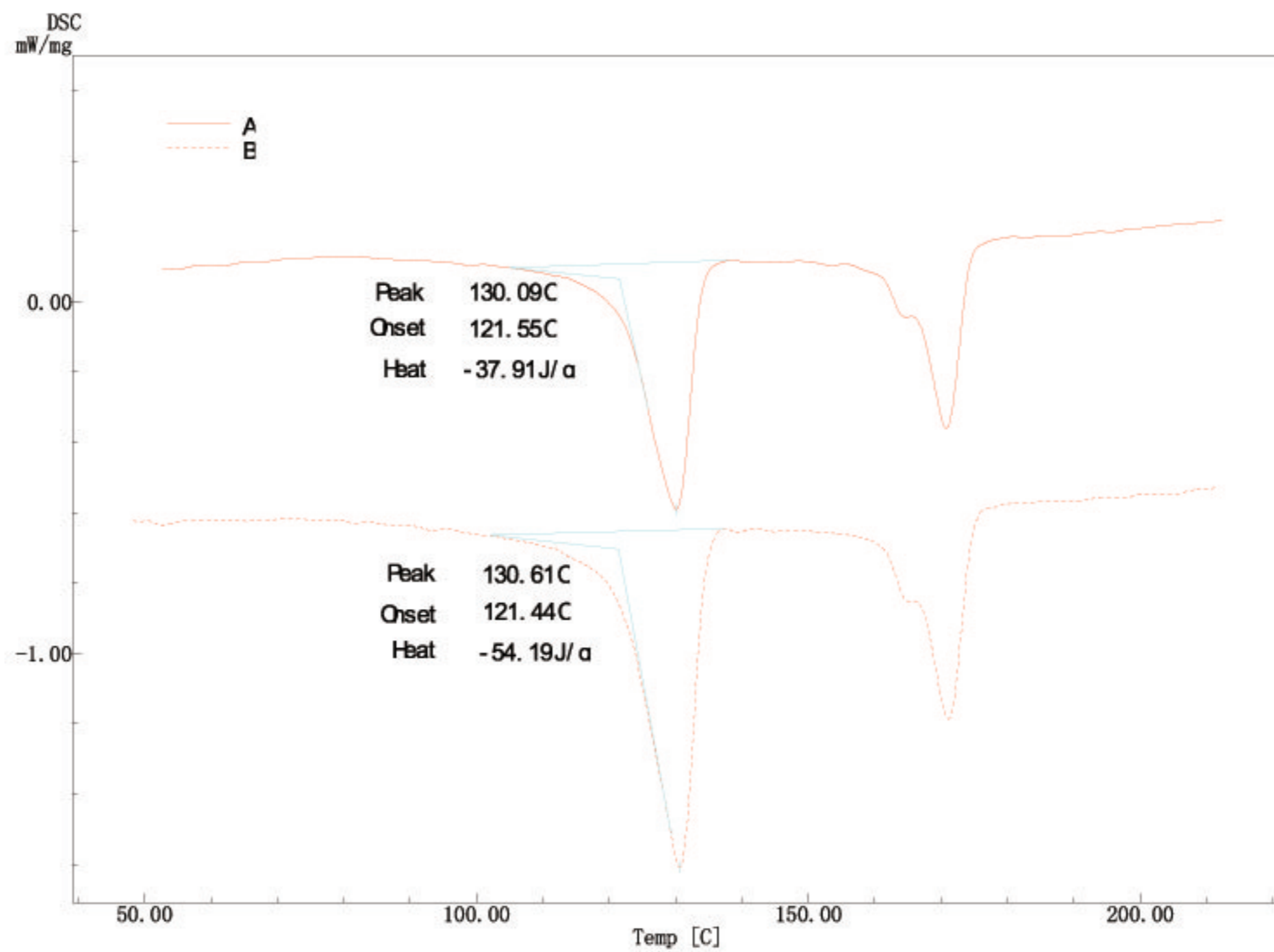


图3 结晶度

根据 $\text{结晶度} = \frac{\text{样品的焓变}}{\text{标准晶体焓变}} \times 100\%$ ；

样品结晶度 $= \frac{37.91}{54.19} \times 100\% = 69.96\%$ ，样品的结晶度为69.96%。

结论

本试验通过对特种医用导管样品升温速度的改变，把导管的玻璃化转变和熔融峰区分开来，确认了样品的玻璃化转变温度为 163.76°C ；通过两个熔融峰焓变大小的比较，得出以第一个焓变较大的熔融峰为结晶度计算的依据；并通过样品和标准结晶样品熔融峰的焓变计算，得到样品的结晶度为69.96%。 163.76°C 的玻璃化转变温度，使导管在人体中的使用保持稳定，因为高结晶度更耐腐蚀和水解反应，69.96%结晶度的特种导管具有良好的耐用性能。此方法能快速确定该特种医用管材材料的基本性能，是检测医药管材质量的重要手段。