อิทธิพลของสัดส่วนองค์ประกอบของซิลิโคนเรซินต่อสมบัติการขึ้นรูปสมบัติทางกายภาพและสมบัติทางกลสำหรับใช้เป็นแบบเต้านม

นางสาว กนิษฐา กมลชัยวานิช

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
สาขาวิชาวิศวกรรมเคมี ภาควิชาวิศวกรรมเคมี
คณะวิศวกรรมศาสตร์ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย
ปีการศึกษา 2545
ISBN 974-17-1547-1
ลิขสิทธิ์ของจุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

EFFECTS OF SILICONE RESIN COMPOSITION ON PROCESSING, PHYSICAL, AND MECHANICAL PROPERTIES FOR A BREAST MODEL APPLICATION

Miss Kanittha Kamonchaivanich

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering in Chemical Engineering

Department of Chemical Engineering
Faculty of Engineering
Chulalongkorn University

Academic Year 2002
ISBN 974-17-1547-1

Thesis Title	EFFECTS OF SILICONE RESIN COMPOSITION ON PROCESSING, PHYSICAL, AND MECHANICAL PROPERTIES FOR A BREAST MODEL APPLICATION.
By	Miss Kanittha Kamonchaivanich
Field of study	Chemical Engineering
Thesis Advisor	Sarawut Rimdusit, Ph.D.
Thesis Co-advisor	Chompunut Sopajaree, Ph.D.

Accepted by the Faculty of Engineering, Chulalongkorn University in Partial Fulfillment of the Requirements for the Master's Degree

..... Dean of Faculty of Engineering
(Professor Somsak Panyakeow, D. Eng.)

THESIS COMMITTEE

..... Chairman
(Associate Professor Chirakarn Muangnapoh, Dr. Ing.)

.....Thesis Advisor
(Sarawut Rimdusit, Ph.D.)

..... Thesis Co-advisor
(Chompunut Sopajaree, Ph.D.)

.....Member
(Nattaporn Tonanon, M.S.)

.....Member
(Cattaleeya Pattamaprom, Ph.D.)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

กนิษฐา กมลชัยวานิช : อิทธิพลของสัดส่วนองค์ประกอบของซิลิโคนเรซินต่อสมบัติการขึ้นรูป สมบัติทางกายภาพและสมบัติทางกลสำหรับใช้เป็นแบบเต้านม (EFFECTS OF SILICONE RESIN COMPOSITION ON PROCESSING, PHYSICAL, AND MECHANICAL PROPERTIES FOR A BREAST MODEL APPLICATION) อ.ที่ปรึกษา : ดร.ศราวุธ ริมดุสิต, อ.ที่ปรึกษาร่วม : ดร.ชมพูนุช โสภาจารีย์, 92 หน้า, ISBN 974-17-1547-1

พอลิไดเมทิลไซลอกเซน หรือ ซิลิโคน ได้ถูกนำมาใช้ในการผลิตอุปกรณ์ทางการแพทย์หลากหลายชนิด ทั้งนี้เนื่องจากมีสมบัติที่โดดเด่นด้านเสถียรภาพในการใช้งานและความยืดหยุ่น ในงานวิจัยชิ้นนี้ได้ศึกษาความเป็นไปได้ในการใช้งานซิลิโคนเพื่อการขึ้นรูปเป็นแบบจำลองเต้านมสำหรับศึกษาการเกิดมะเร็งเต้านม โดยปัจจัยที่ทำการศึกษาได้แก่ ชนิดของซิลิโคนเรซิน ปริมาณสารเร่งและสารดัดแปร (ซิลิโคนออยล์) โดยใช้ซิลิโคนเรซินที่มีจำหน่ายภายในประเทศซึ่งมีราคาถูก ชนิดของ ซิลิโคนเรซินที่ใช้คือ RTV 585, RTV 300, RTV 3480, RTV 4503 โดยศึกษาองค์ประกอบของสารเร่งที่ความเข้มข้น 1.0, 1.5, 2.0 และ 2.5 phr รวมทั้งอิทธิพลของสารดัดแปรต่อสมบัติทางกายภาพและทางกล โดยสารเร่งจะเพิ่มความสามารถในการรับแรงของซิลิโคนอิลาสโตเมอร์ด้วยการเพิ่มความหนาแน่น ของการเชื่อมขวาง ส่วนซิลิโคนออยล์ช่วยในการปรับความนิ่มของผลิตภัณฑ์ที่ได้ จากผลการทดสอบพบว่าซิลิโคน เรซินที่เหมาะสมสำหรับใช้ขึ้นรูปเป็นแบบเต้านมเทียม คือ RTV 585 และ RTV 300 โดยทำการขึ้นรูปเป็น 2 ชั้น คือ ชั้นผิวหนังและชั้นเนื้อเยื่อ ตามลำดับ ซึ่งในการขึ้นรูปชั้นผิวหนังมีอัตราส่วนระหว่างซิลิโคนเรซิน RTV 585: สารเร่ง คือ 1: 0.015: ซึ่งใช้ระยะเวลาเกิดเจล 11200 วินาที (ASTM D 4473) และชั้นเนื้อเยื่อมีอัตราส่วนระหว่างซิลิโคนเรซิน RTV 300: สารดัดแปร: สารเร่ง คือ 1: 1.3: 0.013 ซึ่งองค์ประกอบดังกล่าวข้างต้นพบว่าสามารถขึ้นรูปและให้แบบเต้านมเทียมที่ใกล้เคียงเต้านมจริงซึ่งได้ผ่านการทดสอบยืนยันจากผู้เชี่ยวชาญด้านการตรวจสอบมะเร็งเต้านม นอกจากนี้ยังศึกษาถึงระยะเวลาในการพัฒนาสมบัติทางกลอย่างสมบูรณ์ซึ่งใช้ระยะเวลาสูงสุดประมาณ 3 สัปดาห์ การพัฒนาแบบเต้านมเทียมนี้เป็นการเพิ่มประสิทธิภาพด้านความทนทานให้มากขึ้นกว่าแบบเต้านมที่ใช้อยู่ในปัจจุบันซึ่งนำเข้าจากต่างประเทศและมีราคาค่อนข้างสูง เป็นการลดการนำเข้าแบบเต้านมเทียมจากต่างประเทศและทำให้มีแบบเต้านมเทียมที่มีต้นทุนการผลิตต่ำ เพื่อใช้ในการศึกษาให้ความรู้ด้านการตรวจสอบมะเร็งเต้านม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ภาควิชา วิศวกรรมเคมี ลายมือชื่อนิสิต กนิษฐา กมลชัยวานิช

สาขาวิชา วิศวกรรมเคมี ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษา H Rimdusit

ปีการศึกษา 2545 ลายมือชื่ออาจารย์ที่ปรึกษาร่วม C. โสภาจารีย์

4470201821 : MAJOR CHEMICAL ENGINEERING

KEY WORD : BREAST MODEL / POLYDIMETHYLSILOXANE / ELASTOMER

KANITTHA KAMONCHAIVANICH: EFFECTS OF SILICONE RESIN COMPOSITION ON PROCESSING, PHYSICAL, AND MECHANICAL PROPERTIES FOR A BREAST MODEL APPLICATION. THESIS ADVISOR: SARAWUT RIMDUSIT, Ph.D., THESIS CO-ADVISOR: CHOMPUNUT SOPAJAREE, Ph.D., 92 pp. ISBN 974-17-1547-1

Polydimethylsiloxanes (PDMS) or silicones have been utilized extensively for a construction of a wide variety of medical devices owing to their superior stability as well as their outstanding rubber elasticity. In this work, the possibility of using silicone resins to construct breast cancer training model is examined. The investigated factors include type of silicone resin, concentration level of a curing and a modifying agent. Locally available resins, i.e. RTV 585, RTV 300, RTV 3480, RTV 4503, were evaluated for these purposes. The curing agent was varied at different concentrations i.e. 1.0, 1.5, 2.0 and 2.5 phr. It was found that the curing agent significantly improved the elastomer strength by enhancing cross-link density of the resulting cured specimens while the silicone fluid helped plasticize or soften the silicone elastomer. The optimal silicone resins that are suitable for breast model fabrication are RTV 585 and RTV 300. From the relevant property investigations, RTV 585 with a curing agent of 1.5 phr and a gel time of 11200 sec was suggested as a skin layer material whereas RTV 300 with a modifying agent concentration of 130 phr and a curing agent of 1.3 phr was a suitable interior part of the breast model. The above compositions were found to closely imitate a real human breast as confirmed by breast model experts. Furthermore, the modulus as a function of time indicated that the resulting elastomer might take up to 3 weeks to render a complete development in the specimen mechanical properties. The obtained breast model was also shown to provide greater durability than the currently imported one. It encourages domestic product utilization with a significantly more cost-competitive breast model for breast cancer examination training.

Department ....Chemical Engineering..... Student's signature...Kanittha Kamonchaivanich

Field of study...Chemical Engineering..... Advisor's signature.....

Academic year.....2002..... Co-advisor's signature.....

ACKNOWLEDGEMENTS

I would like to express my gratitude to all those who gave me the possibility to complete this thesis. This research is supported by the Rajchadapisek Fund of Chulalongkorn University of the fiscal year 2003. The Development Grant for New Faculty/Researchers of Chulalongkorn University to one of the authors, S.R., is also gratefully acknowledged. In addition, I would like to thank members of breast examiners, namely Dr. Chomponut Sopajaree, Assistant Professor Dr. Suchada Ratchukul, Associate Professor Dr. Puangthip Chaiphibalsarisdi, Mrs. Orawan Sudthipongkiat and Assistant Professor Dr. Unnop Jaisamrarn for their insightful and helpful comments and for making clear to me various issues.

Furthermore, thanks organizations that had generously supported raw materials and testing facilities. They are Y J CHEM CO., LTD. for the provision of silicone resin, curing agent and product information, Department of Dentistry for the use of durometer hardness tester. Special thanks go to Department of Chemical Engineering at Burapha University for the use of rheometer. The assistance from these organizations was vital for this research. Many more persons participated in various ways to ensure my research succeeded than those and I am thankful to them all.

Many thanks go to everyone in the polymer engineering laboratory who encouraged me until I finish my work. I appreciate the friendship of them. My life would have been much harder if it were not for many friends who helped me on various situation. I am glad that I spent my two years in this laboratory.

Finally, I would like to express my profound gratitude to my lovely family, my parents and my sister, for providing me enormous support during I spent in completing my studies. I am forever indebted to the love and caring of my family.

CONTENTS

PAGE

ABSTRACT (THAI).....iv

ABSTRACT (ENGLISH).....v

ACKNOWLEDGEMENT.....vi

CONTENTS.....vii

LIST OF TABLES.....xi

LIST OF FIGURES.....xii

CHAPTER

I INTRODUCTION.....1

1.1 GENERAL INTRODUCTION.....1

1.2 BACKGROUND OF THE INVENTATION.....1

1.3 DETAILED DESCRIPTION OF BREAST MODEL.....2

1.4 OBJECTIVES.....3

1.5 SCOPES OF WORK.....4

II THEORY.....5

2.1 SILICONE RUBBER.....5

2.1.1 Poly(dimehtylsiloxane).....5

2.1.2 Reactive End Groups.....6

2.2 GENERAL SILIOCONE RUBBER TECHNOLOGY.....7

2.2.1 Manufacturing and Polymerization.....7

2.2.2 Reinforcement.....10

2.2.3 Vulcanization.....11

2.2.4 Vulcanizing Agents.....15

2.2.5 Influence of Crosslink Density.....16

CONTENTS (CONTINUED)

CHAPTER **PAGE**

2.3 GELATION AND NETWOK FORMULATION.....17
2.4 PHYSICAL AND MECHANICAL PROPERTIES.....19
2.4.1 The Measurement of Physical Properties.....19
2.4.1.1 Viscosity.....19
2.4.1.2 Molecular Weight.....20
2.4.1.3 Service Lifetime.....21
2.4.2 The Measurement of Mechanical Properties.....22
2.5 SILICONES IN MEDICAL AND BIOLOGICAL APPLICATIONS.....24
2.5.1 Medical Uses of Silicones.....24
2.5.2 Mathematical Modeling of Human Breast.....25
2.5.3 Mechanical Measurements of Human Breast Tissue....25
III LITERATURE REVIEW.....27
IV EXPERIMENTAL WORK.....30
4.1 MATERIALS.....30
4.1.1 Polydimethylsiloxane.....30
4.1.2 Curing Agents.....31
4.1.3 Modifying Agents.....31
4.1.4 Formulation of silicone elastomer.....32
4.2 SAMPLE CHARACTERIZATION.....33
4.2.1 Physical Aging.....33
4.2.2 FT-IR Spectroscopy.....33
4.2.3 Tensile Measurements.....33
4.2.4 Hardness Measurements.....34
4.2.5 Rheological Measurements.....35
4.2.6 Tear Strength Measurements.....35

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS (CONTINUED)

CHAPTER **PAGE**

V RESULTS AND DISCUSSIONS.....37

5.1 EFFECT OF TYPES OF SILICONE RESIN ON THEIR MECHANICAL PROPERTIES.....37

5.1.1 Tensile Properties.....37

5.1.2 Hardness 48

5.1.3 Tear Strength Properties 49

5.1.4 Determination of Crosslink Density 50

5.2 THE SPECTROSCOPIC CHARACTERIZATION OF SILICONE RESIN.....53

5.2.1 FT-IR Spectroscopy Silicone.....53

5.2.1.1 Silicone resin.....53

5.2.1.2 Curing agent.....55

5.2.1.3 IR Spectra of silicone elastomer curing process.....57

5.3 PROPERTIES OF SILICONE RESIN FOR FABRICATING A SKIN LAYER OF A BREAST TRAINING MODEL.....60

5.3.1 Crosslink Density and Molecular Weight between Crosslink.....60

5.3.2 Effect of Temperature on the Mechanical Properties of the Silicone Elastomer.....62

5.3.3 Mechaincal properties of Human Skin.....63

5.3.4 Gelation using rheological measurement.....64

5.3.5 Predictation the Gelation Process.....68

5.4 PROPERTY ANALYSIS OF SILICONE RESIN FOR FABRICATING INTERIOR PORTION OF A BREAST TRAINING MODEL.....71

VI CONCLUSION.....76

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

CONTENTS (CONTINUED)

CHAPTER **PAGE**

REFERENCES.....79

APPENDICES

A **FT-IR Spectrum of Silicone Resin in this Investigation**.....82

B **Raw Data on Mechanical Results of Mechanical Property Testing of Silicone Elastomer**.....86

VITAE.....92

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF TABLES

TABLE **PAGE**

2.1 End-group and structure of siloxane polymer units.....5
2.2 Product form and properties.....6
2.3 Infrared characteristic absorption.....6
2.4 Polysiloxane degradation temperatures.....22
2.5 Estimated service life of silicone rubber.....22
2.6 Material properties of human skin.....26
4.1 Fundamental characteristics of commercial silicone resins.....31
4.2 Fundamental characteristics of methyl silicone oil.....32
5.1 Tensile properties of different silicone resin types in this investigation (3 weeks).....42
5.2 Breast model samples for statistical analysis by breast examiners... 74
6.1 Mechanical properties of breast training model.....77

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

LIST OF FIGURES

FIGURE **PAGE**

1.1 Sectional view of embodiment of a breast model according to the present invention.....2
2.1 Types of silicone rubber.....6
2.2 Polydimethylsiloxane manufacturing.....8
2.3 Polymerization of cyclic dimethylsiloxanes.....9
2.4 Stress-strain curves to rupture for silicone elastomers filled with low and high structure silica.....10
2.5 Hydrosilation reaction.....13
2.6 Hydrolysis reaction.....14
2.7 Condensation reaction.....14
2.8 End group reaction (lengthens molecule).....15
2.9 Condensation crosslinking chemistry.....15
2.10 Vulcanizate properties as a function of the extent of vulcanization.....16
2.11 Evolution of physical properties of the thermosetting polymer as a function of conversion of reactive groups.....17
2.12 Relationship between viscosity of PDMS and weight-average molecular weight.....20
2.13 Stress-strain curve for typical silicone rubber.....24
4.1 The chemical structure of polydimethylsiloxane.....30
4.2 The chemical structure of tetraethoxylsilane.....31
4.3 The chemical structure of methyl silicone oil.....32
4.4 Condensation curing system.....32
4.5 The shape of the test of aging effect sample.....33
4.6 Standard Dies for cutting dumbbell specimen.....34
4.7 Durometer hardness tester and indentor.....34
4.8 Die C for tear test specimen.....35

LIST OF FIGURES (CONTINUED)

FIGURE **PAGE**

5.1 The time-dependent mechanical properties of silicone resin, RTV 585, as a function of time at curing agent concentration of (a) 1.0 phr (b) 1.5 phr (c) 2.0 phr (d) 2.5 phr ……38

5.2 The time-dependent mechanical properties of silicone resin, RTV 300, as a function of time at curing agent concentration of (a) 1.0 phr (b) 1.5 phr (c) 2.0 phr (d) 2.5 phr ……39

5.3 The time-dependent mechanical properties of silicone resin, RTV 3480, as a function of time at curing agent concentration of (a) 1.0 phr (b) 1.5 phr (c) 2.0 phr (d) 2.5 phr ……40

5.4 The time-dependent mechanical properties of silicone resin, RTV 4503, as a function of time at curing agent concentration of (a) 1.5 phr (b) 2.0 phr (c) 2.5 phr ……..41

5.5 Effect of silicone resin types on tensile modulus at curing agent concentration 1.5 phr……..43

5.6 Tensile modulus of silicone resin RTV 585 as a function of curing agent concentration……..44

5.7 Tensile strength of each silicone resin as a function of curing agent concentration……..45

5.8 Tensile modulus of four different silicone resins as a function of curing agent concentration……..45

5.9 Effect of silicone resin types on stress-strain behaviors at constant curing agent concentration of 1.5 phr after three weeks……46

5.10 Percentage of elongation at break of each silicone resin as a function of curing agent concentration……47

5.11 Effect of curing agent concentration on silicone elastomer hardness of different silicones……48

5.12 Variation of tear strength as a function of % elongation of three kinds of silicone resins at curing agent concentration of 1.5 phr……..49

LIST OF FIGURES (CONTINUED)

FIGURE **PAGE**

5.13 Effect of silicone resin types on crosslink density at curing agent concentration of 1.5 phr as a function of time.....51

5.14 Effect of silicone resin types on molecular weight between crosslink at curing agent concentration of 1.5 phr as a function of time.....51

5.15 FT-IR spectrum of silicone resin RTV 585 (for skin layer).....53

5.16 FT-IR spectrum of silicone resin RTV 300 (for interior layer).....54

5.17 FT-IR spectrum of silicone oil (a modifier).....54

5.18 FT-IR spectrum of tetraethoxysilane.....56

5.19 FT-IR spectrum of curing agent of silicone resin (RTV 585).....56

5.20 FT-IR spectrum of curing agent of silicone resin (RTV 300).....56

5.21 IR spectra of RTV 585 curing process at curing agent concentration 1.5 phr as a function of time.....57

5.22 IR spectra for silicone elastomer RTV 585 (skin layer) at curing agent concentration of 1.5 phr as a function of time.....58

5.23 Crosslink density of silicone resin RTV 585 as a function of curing agent concentration.....60

5.24 Molecular weight between crosslink of silicone resin RTV 585 as a function of curing agent concentration.....61

5.25 Stress-strain relations of silicone resin RTV 585 at curing agent concentration of 1.5 phr as a function of temperature.....62

5.26 Effect of silicone oil concentration on gel time of silicone resin RTV 585 at various curing agent concentrations.....64

5.27 Dynamic moduli as a function of time for skin layer (RTV 585) at curing agent concentration of 1.5 phr.....65

5.28 Effect of curing agent concentration on gel time of inner layer at various silicone oil concentration.....66

5.29 Effect of silicone oil concentration on modulus and gel time of inner layer at curing agent concentration of 1.5 phr.....67

LIST OF FIGURES (CONTINUED)

FIGURE **PAGE**

5.30 Arrhenius plot of gelation behavior of silicone resin RTV 585 at the curing agent concentration of 1.5 phr.....68

5.31 Stress-strain behavior of silicone resin RTV 585 (for skin layer) at curing agent concentration of 1.5 phr at various cure time for curing temperature 75 °C.....69

5.32 Effect of silicone oil concentration on gel time of inner layer at various curing agent concentration.....71

5.33 Effect of curing agent concentration on gel time of inner layer at various silicone oil concentration.....72

5.34 Effect of silicone oil concentration on gel time of inner layer at various curing agent concentration.....73

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย