

Министерство образования и науки
Российской Федерации
Федеральное государственное
бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«Тверской государственный университет»

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ АСПЕКТЫ
ИЗУЧЕНИЯ КЛАСТЕРОВ,
НАНОСТРУКТУР
И НАНОМАТЕРИАЛОВ**

МЕЖВУЗОВСКИЙ СБОРНИК НАУЧНЫХ ТРУДОВ

выпуск 8

ТВЕРЬ 2016

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145
ББК Ж36:Г5+В379
Ф50

Рецензент сборника:

Кандидат физико-математических наук, доцент кафедры физики конденсированного состояния Тверского государственного университета
Н.Н. Большакова

Рецензирование статей осуществляется на основании Положения об рецензировании статей и материалов для опубликования в Межвузовском сборнике научных трудов «Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов».

**Официальный сайт издания в сети Интернет:
www.physchemaspects.ru**

Ф50 Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов [Текст]: межвуз. сб. науч. тр. / под общей редакцией В.М. Самсонова, Н.Ю. Сдобнякова. – Тверь: Твер. гос. ун-т, 2016. – Вып. 8. – 448 с.

ISBN 978-5-7609-1161-2

Зарегистрирован Федеральной службой по надзору в сфере связи, информационных технологий и массовых коммуникаций, свидетельство о регистрации СМИ ПИ № ФС 7747789 от 13.12.2011

Сборник составлен из оригинальных статей теоретического и экспериментального характера, отражающих результаты исследований в области изучения физико-химических процессов с участием кластеров, наноструктур и наноматериалов физики, включая межфазные явления и нанотермодинамику. Сборник предназначен для научных и инженерно-технических работников, преподавателей ВУЗов, студентов и аспирантов. Издание подготовлено на кафедре общей физики Тверского государственного университета.

УДК 620.22:544+621.3.049.77+539.216.2:537.311.322: 530.145
ББК Ж36:Г5+В379

ISBN 978-5-7609-1161-2

ISSN 2226-4442

© Коллектив авторов, 2016
© Тверской государственной
университет, 2016

УДК 537.533.35:544.72.023:546.74/82

ИССЛЕДОВАНИЕ ГАП-СОДЕРЖАЩИХ БИОКОМПОЗИТОВ НА ОСНОВЕ ТИТАНА РАЗЛИЧНОЙ ПОРИСТОСТИ МЕТОДОМ СКАНИРУЮЩЕЙ ЭЛЕКТРОННОЙ МИКРОСКОПИИ

И.Г. Григоров, А.Г. Широкова, Е.А. Богданова, В.М. Скачков, О.В. Скачкова,
Н.А. Сабирзянов

ФГБУН «Институт химии твердого тела УрО РАН»
620990, Екатеринбург, ул. Первомайская, д. 91
chemi4@rambler.ru

Аннотация: В работе приводятся морфологические и топографические данные поверхности синтезируемых биоконпозитов, с целью использования их для создания костных имплантатов, полученных методом сканирующей электронной микроскопии. В качестве металлической матрицы выбран титан различной пористости, биоактивное покрытие формировалось различными методами из водной суспензии гидроксиапатита. Для образцов с нанесенным покрытием получены 2D- и построены 3D-изображения поверхности с помощью программы Scan Master.

Ключевые слова: имплантат, биоконпозиты, титан, гидроксиапатит (ГАП), 2D-, 3D-изображение, сканирующая электронная микроскопия.

Введение

Имплантология является одной из наиболее динамично развивающихся областей медицины. Задача, стоящая перед ней аналогична той, которую пытается решить трансплантология. Однако ряд этических и физиологических проблем, тормозящих этот процесс для последней, выдвигает имплантологию на первое место, но существуют и определенные трудности. Например, материалы предлагаемые для ортопедии должны быть биоактивны, обладать прочностью, гарантировать продолжительный срок эксплуатации, быть технологичны в производстве и иметь низкую стоимость. Мы считаем, что разработанные нами ГАП-содержащие биоконпозиты на основе ячеистого титана представляют определенный интерес для имплантологического материаловедения.

Материалы и методы

В качестве материала металлического каркаса были выбраны компактный и пористый титан (пористость 28,40,45 %), а в качестве биоактивного покрытия – суспензия гидроксиапатита, полученная осаждением из растворов в соответствии с патентом [1]. При отработке способа нанесения покрытия ГАП с целью сохранения фазового состава и биологической активности использовали щадящие методы (вакуумное импрегнирование; оно же с последующим центрифугированием; ультразвуковая обработка). В экспериментах использовали ультразвуковую ванну «Санфир 1,3 ТТЦ» и центрифугу СМ-6М, ЕЛМІ. Морфологию поверхности образцов, покрытых ГАП, изучали на

сканирующем электронном микроскопе (СЭМ) – *JSM-6390 LA* (JEOL, Япония) (коэффициент увеличения от $\times 5$ до $\times 300000$, разрешающая способность 3,0 нм при 30 кВ). Для получения 2D-изображения «псевдорельефа» были использованы три полупроводниковых детектора, а сигналы регистрируемых ими отраженных электронов при вычитании или суммировании формируют результирующий сигнал, позволяющий получить композиционное топографическое или общее изображение рельефа. 3D-изображение сформировано из 2D- с использованием функции 2/3 (Create 3D by 2D) программы ScanMaster, управляющей работой сканирующего зондового микроскопа (СЗМ) *SMM-2000 AT* [2].

Результаты и обсуждение

Анализ данных по дозированному заполнению ГАП порового пространства металла позволяет выбрать наилучший по сорбционным характеристикам из исследуемых образцов и установить наиболее оптимальный метод нанесения на него биоактивного покрытия, эффективность которого, как выяснилось, не зависит от пористости образца. Установлено, что титан с пористостью 45 % дает прирост массы на пятой стадии обработки 13,53 % (для сравнения с 9,61 % метода вакуумного импрегнирования + центрифугирование и 10,34 % метода ультразвуковой обработки). Как видно, дополнительное центрифугирование, а также термическая обработка не увеличивают этот показатель. Применение ультразвука приводит к быстрому росту слоя ГАП на титановой подложке, но только вначале обработки. Это приводит к возникновению в нем высоких внутренних напряжений, которые снижают адгезию и приводят к растрескиванию и отслаиванию биоактивного слоя от поверхности матрицы (см. рис. 1).

Установлено также влияние температурного режима и длительности ультразвуковой обработки в суспензии ГАП на равномерность и качество покрытия (см. рис. 2). Увеличение времени обработки и повышение температуры до 40°С приводит к более равномерному заполнению пористого титана суспензией. Прирост массы при нагреве и длительной ультразвуковой обработке на каждой стадии почти в 2 раза превышает показатель для процесса при температуре 25°С в течение 10 минут (см. рис. 3). Худшим в этом отношении является компактный титан с достаточно толстым слоем ГАП-покрытия, самопроизвольно разрушающимся и отслаивающимся на микроучастках поверхности уже в процессе его получения. А наилучшим был титан с пористостью 45 %, покрытый ГАП методом вакуумного импрегнирования, обеспечивающим равномерное, микрошероховатое и, судя по высоким адгезионным характеристикам, прочное покрытие [4].

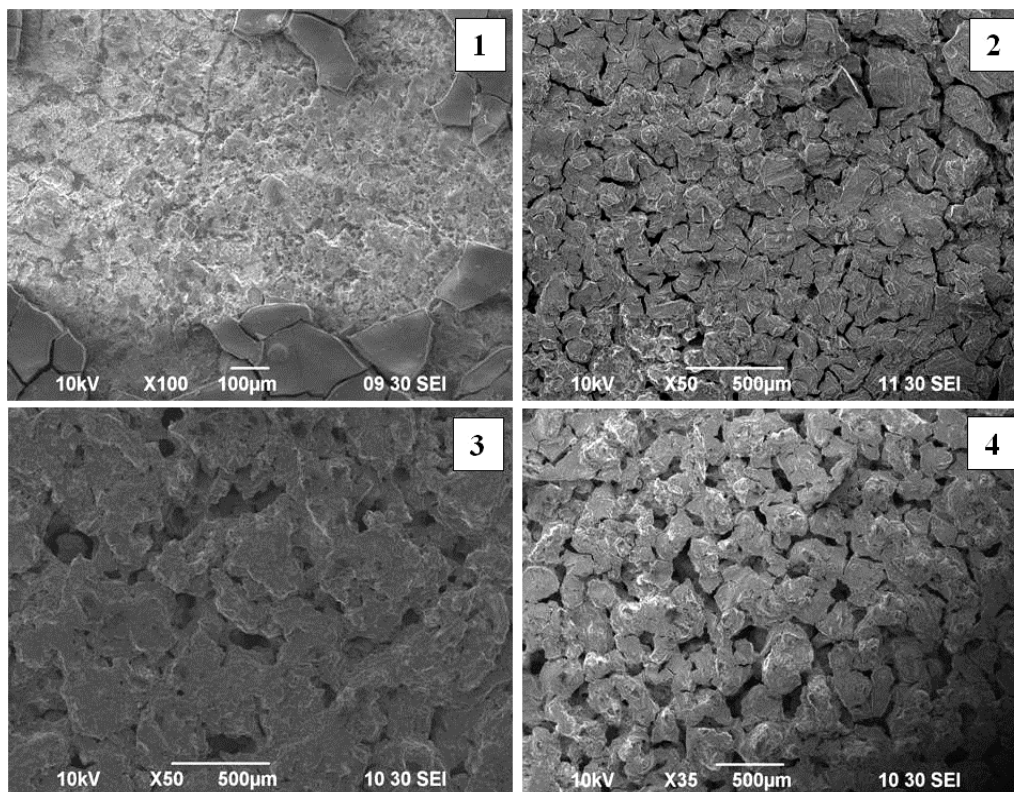


Рис. 1. Микрофотографии покрытия, нанесенного ультразвуковой пропиткой титановой матрицы в суспензии ГАП: 1 – компактный титан; 2 – пористый титан (28 %); 3 – пористый титан (40 %); 4 – пористый титан (45 %).

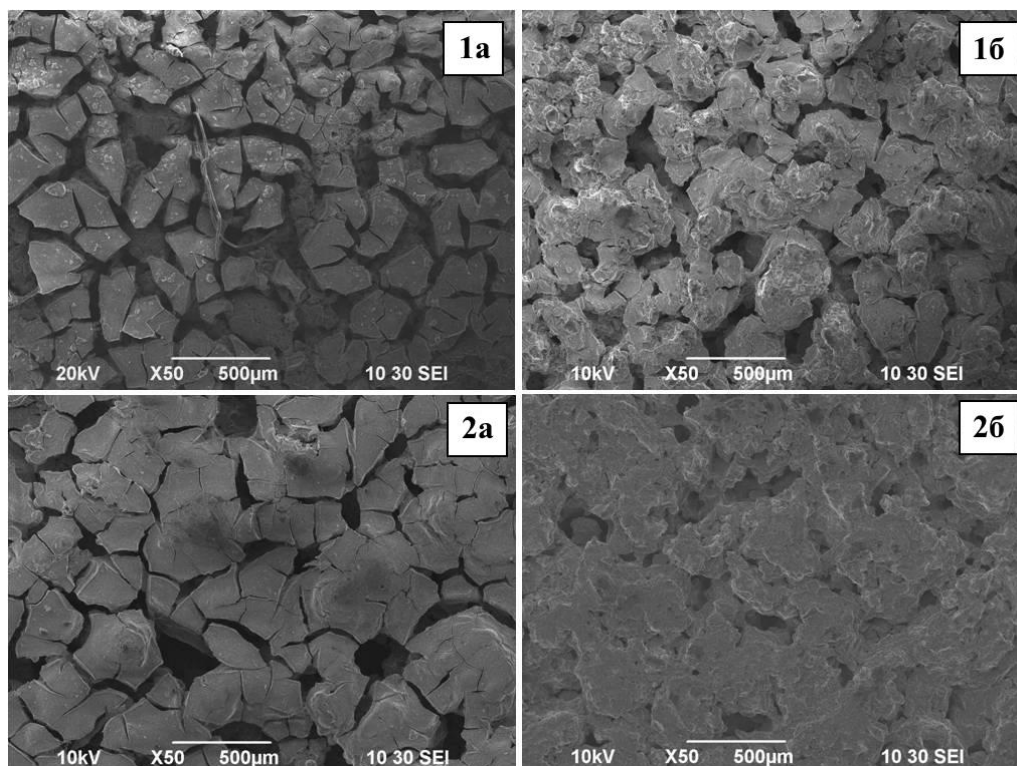


Рис. 2. Микрофотографии покрытия нанесенного на титан пористостью 45 %. (1) и 40 % (2) ультразвуковой обработкой при $T = 25^{\circ}C$, 10 мин (а) и $T = 40^{\circ}C$, 1 час (б).

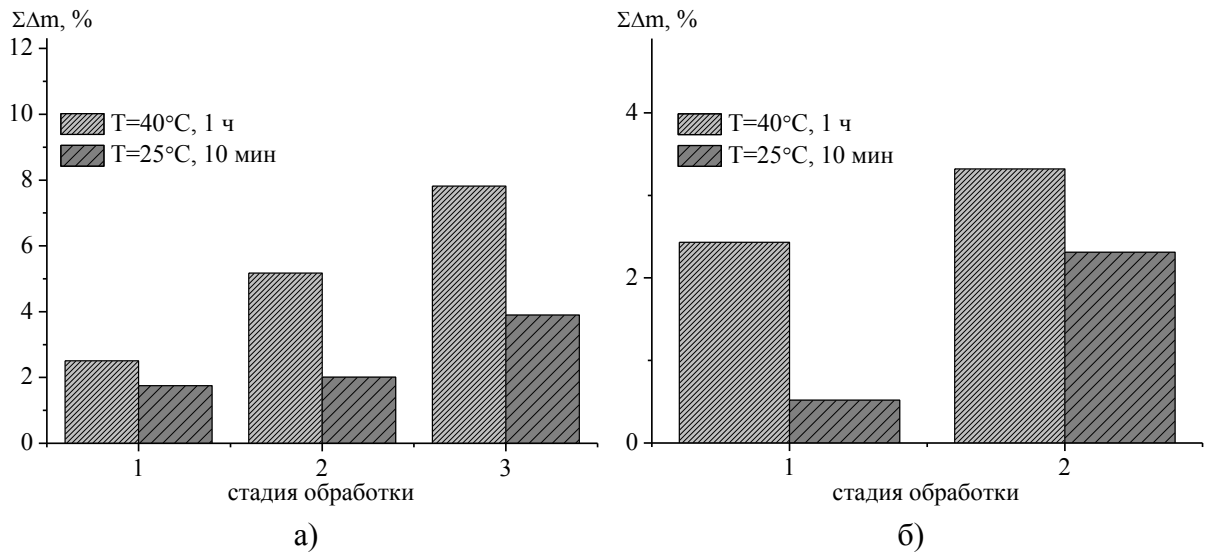


Рис. 3. Оценка зависимости изменения массы образца в результате ступенчатого насыщения суспензией ГАП от режима ультразвуковой обработки: а – пористый титан (45 %); б – пористый титан (40 %).

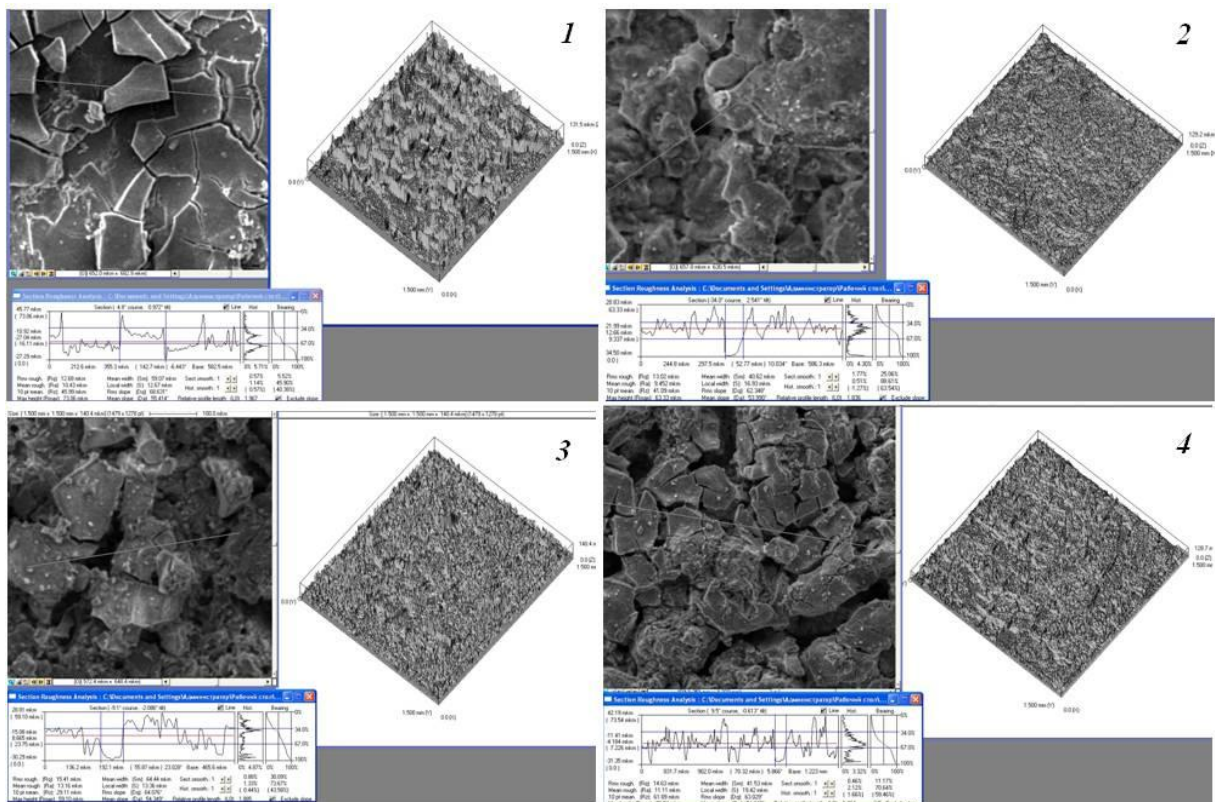


Рис. 4. 3D-визуализация рельефа и профиль сечения поверхности титана, покрытого ГАП: 1 – покрытие на компактном титане; 2 – покрытие, нанесенное на пористый титан (45 %) методом вакуумного импрегнирования; 3 – покрытие, нанесенное на пористый титан (45 %) методом вакуумного импрегнирования, дополненное центрифугированием; 4 – покрытие, полученное ультразвуковой пропиткой пористого титан (45 %) суспензией ГАП.

Заключение

Осуществлен анализ полученных биокompозитов методом сканирующей электронной микроскопии. Выявлены преимущества использования пористого титана в качестве металлической матрицы, поскольку он не требует предварительной обработки поверхности и способен, благодаря биоактивности ГАП, обеспечить формирование прочной структуры «поверхность-кость». Открытая пористость и неровность рельефа пористого титана значительно повышает адгезию ГАП-покрытия за счёт механического сцепления его частиц с основой, «прорастания» вглубь образца и повторения микрорельефа металла слоями покрытия. Установлена оптимальная пористость титановой матрицы – 45 % и метод нанесения ГАП-покрытия – вакуумное импрегнирование, показана бесперспективность использования компактного титана для этой цели. Результат исследований свидетельствует о целесообразности и необходимости проведения дальнейших работ по изучению взаимодействия гетерогенных и коллоидных систем с участием кальций-фосфорных соединений.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта РФФИ (проект № 15-29-0486).

Библиографический список:

1. Пат. 2406693 Российская Федерация, МПК⁷ C01B25/32. Способ получения суспензии гидроксиапатита / Сабирзянов Н.А., Богданова Е.А., Хонина Т.Г.; заявитель и патентообладатель Институт химии твердого тела УрО РАН. – № 2008140563/15; заявл. 13.10.08; опубл. 20.12.10, Бюл. № 35. – 5 с.
2. Лунёв, В.М. Адгезионные характеристики покрытий и методы их измерения / В.М. Лунёв, О.В. Немашкало // Физическая инженерия поверхности (Physical surface engineering). – 2010. – Т. 8. – № 1. – С.64-71.
3. Den Braber, E.T. Quantitative analysis of fibroblast morphology an microgrooved surfaces with various groove and ridge dimensions / E.T. Den Braber, J.E. de Ruijter, L.A. Ginsel, A.F. von Recum, J.A. Jansen // Biomaterials. – 1996. – V. 17. – I. 21. – P. 2037-2044.
4. Богданова, Е.А. Оценка прочности биоактивного покрытия на титане различной пористости / Е.А. Богданова, В.М. Скачков, А.Г. Широкова, Н.А. Сабирзянов // Физико-химические аспекты изучения кластеров, наноструктур и наноматериалов: межвуз. сб. науч. тр. / под общей редакцией В.М. Самсонова, Н.Ю. Сдобнякова. – Тверь: Твер. гос. ун-т, 2015. – Вып. 7. – С. 130-136.