



*Омский государственный медицинский университет*

*Омский государственный технический университет*



# **Сравнительное лабораторное исследование биоактивности силикатов кальция различной стехиометрии**

**Докладчик –**

магистрант ОмГТУ, группа НИМ-181

заведующий Научной лабораторией стоматологического факультета ОмГМУ

***Анна Петровна Солоненко***

**Научный руководитель –**

заведующий кафедрой «Физика», к.т.н., доцент

***Блесман Александр Иосифович***

*29 мая 2020 г.*

# АКТУАЛЬНОСТЬ ИССЛЕДОВАНИЯ

**Перспективные компоненты материалов для  
восстановления костной ткани –**

**силикаты кальция**

**( $\text{CaSiO}_3$ ,  $\text{Ca}_2\text{SiO}_4$ ,  $\text{Ca}_3\text{Si}_2\text{O}_7$ ,  $\text{Ca}_3\text{SiO}_5$  и  $r\text{CaO}\cdot m\text{SiO}_2\cdot n\text{H}_2\text{O}$ )**



**Важные характеристики биоматериалов:**

**1 - химические свойства**

(близость химического состава искусственного имплантата к костной ткани),

**2 - механические характеристики**

(должны быть близки к таковым для костной ткани),

**3 - структурные свойства**

(большая площадь удельной поверхности и наличие связанной системы пор),

**4 - биохимические свойства**

(отсутствие негативных реакций со стороны иммунной системы, срастание с костной тканью, стимулирование образования кости de novo).

**а - оценка биологического действия**

(исследование цитотоксичности, местного действия после имплантации, ...)

**б - оценка поверхностных свойств**

(исследование явлений, происходящих на поверхности материалов при взаимодействии с биологическими жидкостями или их прототипами)

## **ЦЕЛЬ РАБОТЫ –**

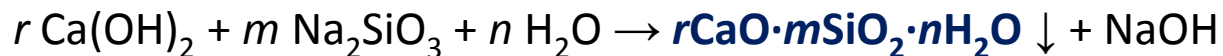
сравнительное исследование поведения керамик из различных силикатов кальция в синтетической биологической жидкости

## **ЗАДАЧИ:**

- подготовка образцов керамики и проведение эксперимента по их выдерживанию в синтетической биологической жидкости;
- экспериментальное исследование методами ИК-Фурье-спектроскопии и растровой электронной микроскопии с энергодисперсионной спектроскопией поверхности керамик до и после эксперимента.

## ИССЛЕДУЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ

Гидросиликаты кальция получали по реакции ионного обмена:



Волластонит получали прокаливанием гидросиликата кальция с Ca/Si = 1:



### *Условия синтеза образцов*

Ca/Si*	Условия синтеза						
	C <sub>Ca</sub> , М	C <sub>Si</sub> , М	pH	V, мл/мин <sup>1</sup>	τ, час	t, °C <sup>2</sup>	T, °C <sup>3</sup>
0.65	0.05	0.1	12				
0.85	0.10	0.1	11				
1.00	0.10	0.1	12	4 - 5	24	25	105 <sup>4</sup>
1.20	0.15	0.1	12				
1.45	0.20	0.1	12				
1.00 (CaSiO <sub>3</sub> )	0.10	0.1	12				1000 <sup>5</sup>

\* Ca/Si – молярное соотношение Ca/Si в твердой фазе, <sup>1</sup> V – скорость смешения реагентов, <sup>2</sup> t – температура, при которой выдерживается полученная в результате смешения реагентов суспензия, <sup>3</sup> T – температура, при которой проводилось высушивание полученных в ходе синтеза твердых фаз, <sup>4</sup> – высушивание до постоянной массы, <sup>5</sup> – прокалывание на воздухе при 1000 °C в течение 2 часов предварительно высушенного при 105 °C порошка.

# ИССЛЕДУЕМЫЕ ОБРАЗЦЫ

## *Химический состав исследуемых образцов*

Образец	Ca/Si	w(Ca), масс.%	w(Si), масс.%	Ca/Si
ГСК-0.65	0.65	23.2 ± 1.2	24.7 ± 0.5	0.65 ± 0.01
ГСК-0.85	0.85	24.6 ± 0.8	20.3 ± 0.3	0.85 ± 0.02
ГСК-1.00	1.00	27.7 ± 0.6	19.7 ± 0.6	0.99 ± 0.01
ГСК-1.20	1.20	33.0 ± 1.0	17.8 ± 0.3	1.20 ± 0.05
ГСК-1.45	1.45	36.4 ± 1.3	17.7 ± 0.4	1.45 ± 0.08
BT	1.00 (CaSiO <sub>3</sub> )	33.7 ± 0.9	23.6 ± 0.6	1.00 ± 0.02

Путем прессования синтетических порошков (гидро-)силикатов кальция различного стехиометрического состава получали образцы керамики



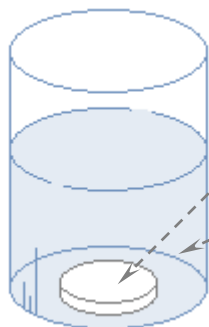
m = 500 мг

Сухое прессование порошка  
на гидравлическом прессе  
«LAP 40»  
(Joos laboratory press)



d = 15 мм, h = 2 мм

# УСЛОВИЯ ЭКСПЕРИМЕНТА И МЕТОДЫ ИССЛЕДОВАНИЯ



## Условия эксперимента:

*Образцы* – таблетки из гидросиликатов кальция с соотношением  $\text{Ca/Si} = 0.65, 0.85, 1.00, 1.20, 1.45$  и  $\beta$ -волластонита ( $\beta\text{-CaSiO}_3$ )

*Среда* – синтетическая биологическая жидкость (SBF)

$V_{\text{SBF}} = 50$  мл,  $T = 37$  °C,  $\tau = 0 \div 14$  суток

Статические условия (без перемешивания)

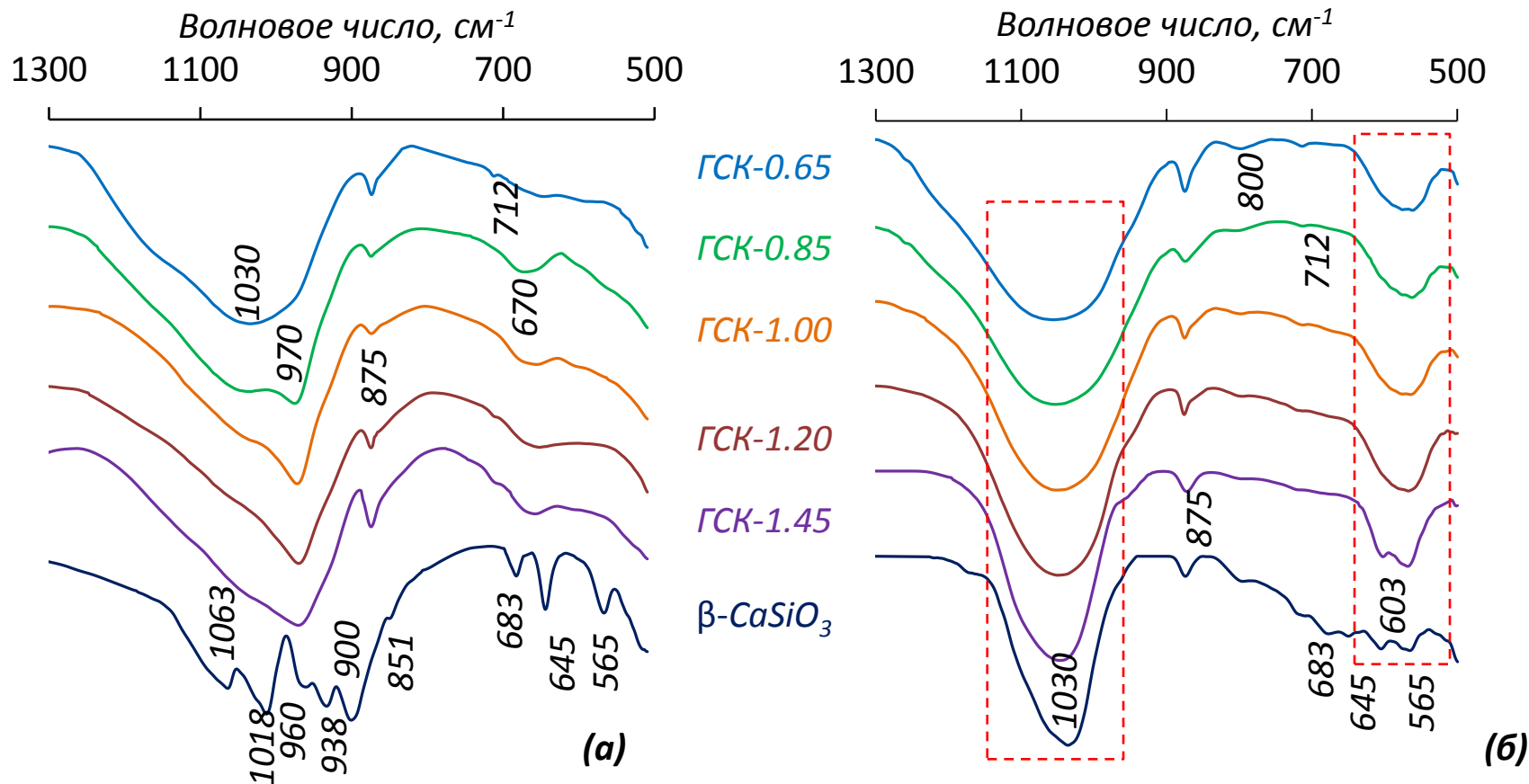
*Концентрации неорганических ионов в плазме крови человека и синтетической биологической жидкости (SBF)*

	pH	Концентрация ионов, ммоль/л							
		Na <sup>+</sup>	K <sup>+</sup>	Mg <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>	Cl <sup>-</sup>	HCO <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>
Плазма крови	7.2-7.4	142.0	5.0	1.5	2.5	103.0	27.0	1.0	0.5
<b>SBF</b>	<b>7.4</b>	<b>142.0</b>	<b>5.0</b>	<b>1.5</b>	<b>2.5</b>	<b>147.8</b>	<b>4.2</b>	<b>1.0</b>	<b>0.5</b>

## Методы исследования:

- потенциометрический анализ pH растворов (иономер «И-160МИ», ООО «ИТ»),
- спектрофотометрическое определение концентраций ионов кальция, фосфатов и силикатов в растворе (спектрофотометр «PD-303», Apel),
- ИК-Фурье-спектроскопия (спектрометр «ФТ-801», Simex),
- РЭМ (растровый электронный микроскоп «JCM-5700», оснащенный рентгеновским энергодисперсионным спектрометром «JED-2300», JEOL)

# СОСТАВ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ КЕРАМИК ДО И ПОСЛЕ КОНТАКТА С SBF

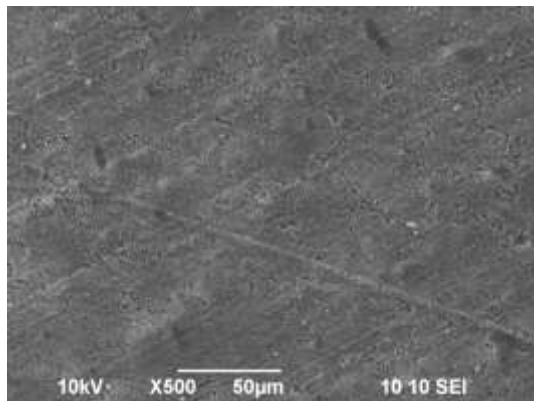


ИК-спектры исходных порошков силикатов кальция (а) и поверхностного слоя, сформировавшегося на керамиках в процессе их выдерживания в SBF (б)

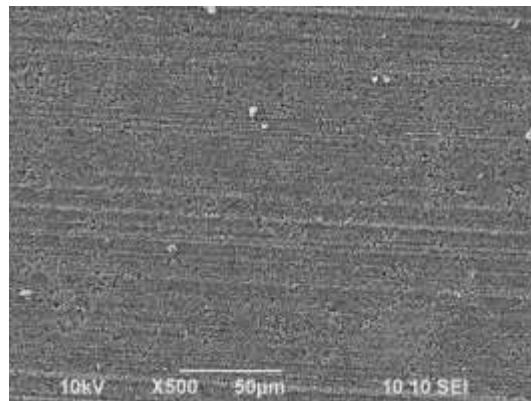


Полосы колебаний связей P-O в аморфном фосфате кальция и гидроксиапатите

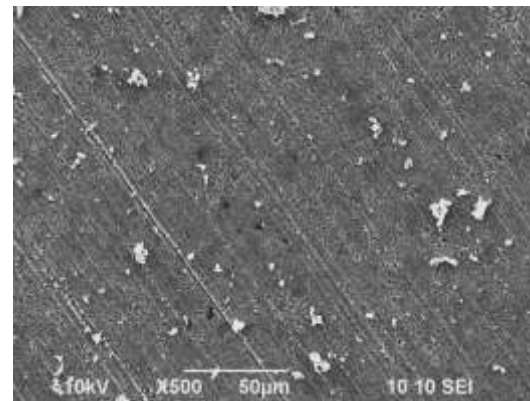
# ИСХОДНАЯ ПОВЕРХНОСТЬ КЕРАМИК



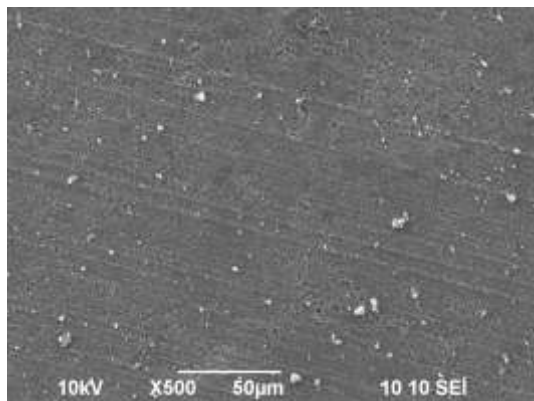
*GSK-0.65*



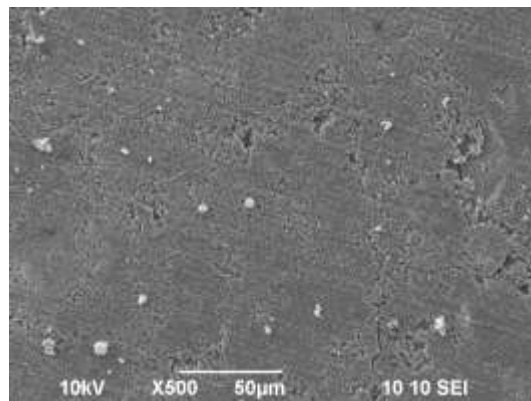
*GSK-0.85*



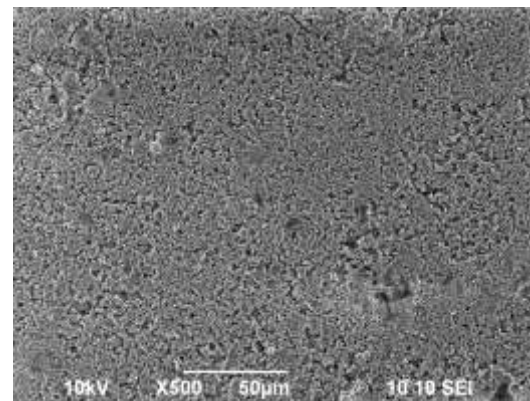
*GSK-1.00*



*GSK-1.20*



*GSK-1.45*

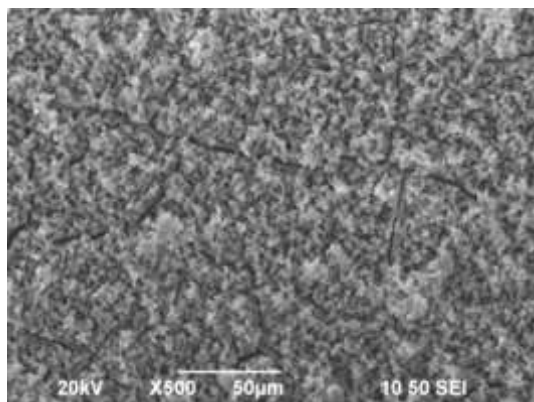


$\beta$ -CaSiO<sub>3</sub>

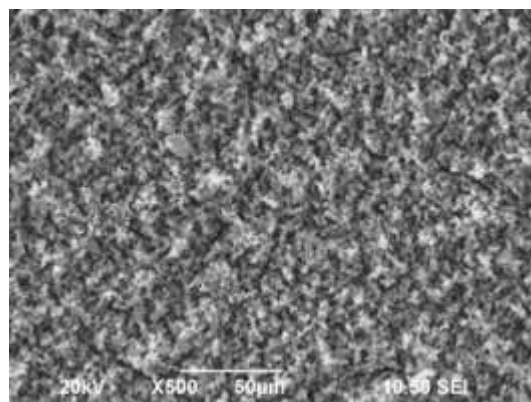


# ПОВЕРХНОСТЬ КЕРАМИК ПОСЛЕ КОНТАКТА С SBF

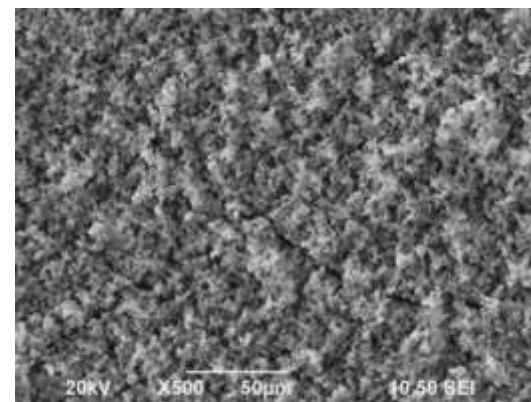
На поверхности всех образцов в процессе их выдерживании в синтетической биологической жидкости образуется слой сферических частиц



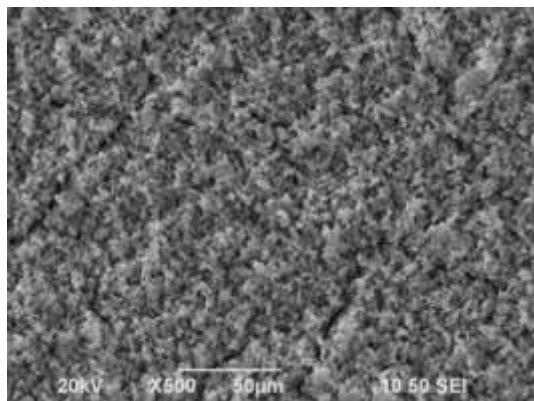
*GSK-0.65*



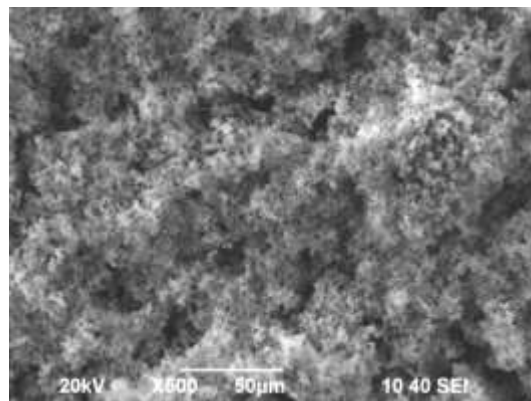
*GSK-0.85*



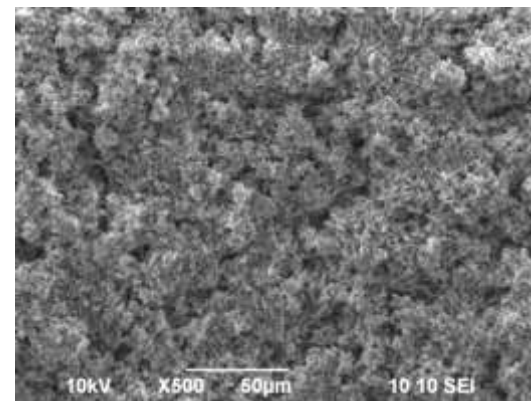
*GSK-1.00*



*GSK-1.20*

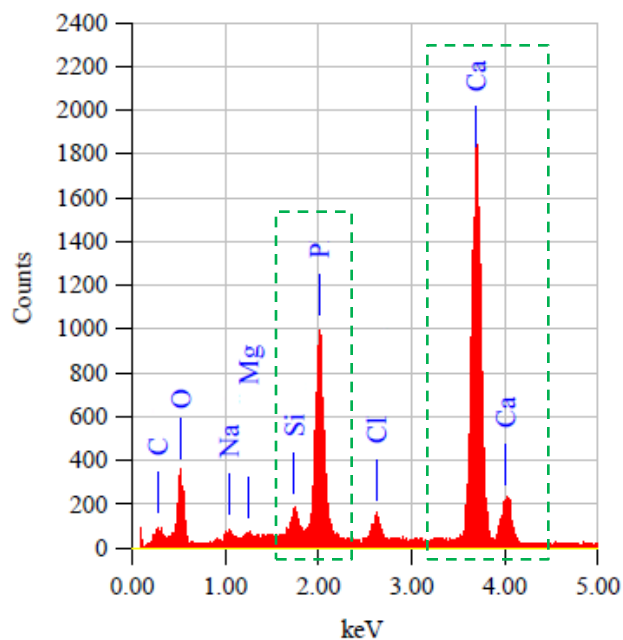


*GSK-1.45*



*$\beta$ -CaSiO<sub>3</sub>*

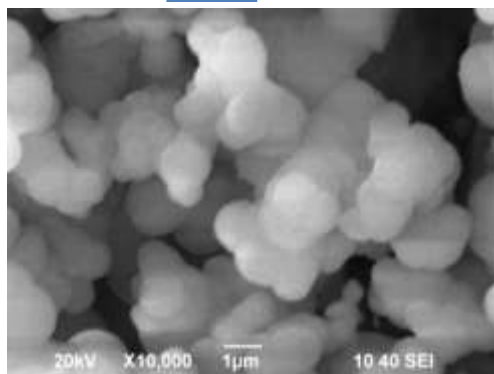
# СОСТАВ ПОВЕРХНОСТНОГО СЛОЯ КЕРАМИК



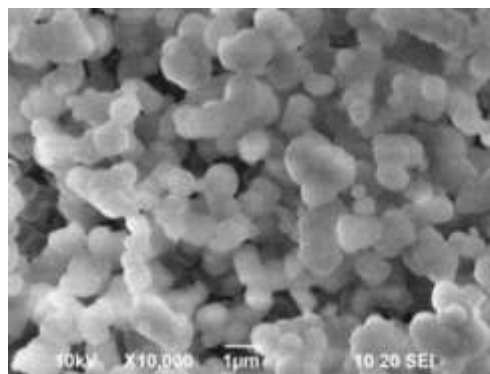
Образец	Ca/P (на поверхности)	
ГСК-0.65	$1.36 \pm 0.12$	Аморфный фосфат кальция
ГСК-0.85	$1.42 \pm 0.10$	
ГСК-1.00	$1.49 \pm 0.08$	
ГСК-1.20	$1.47 \pm 0.03$	Апатит
ГСК-1.45	$1.57 \pm 0.07$	
$\beta$ -CaSiO <sub>3</sub>	$1.63 \pm 0.09$	

*На поверхности керамик из силикатов кальция с высоким содержанием кальция через 14 суток контакта с SBF формируется слой апатита, на остальных – аморфного фосфата кальция*

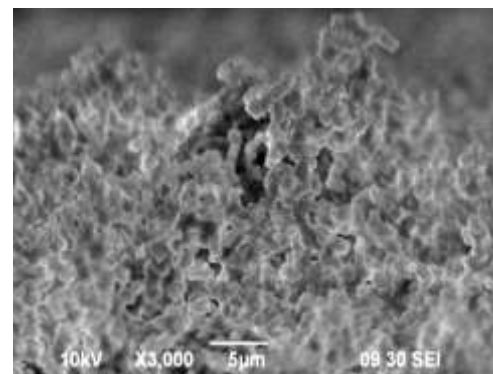
После SBF



ГСК-1.45



$\beta$ -CaSiO<sub>3</sub>



$\beta$ -CaSiO<sub>3</sub>  
(ребро таблетки)

## ЗАКЛЮЧЕНИЕ

- ✓ На поверхности керамик из всех исследуемых силикатов кальция через 14 суток контакта с синтетической биологической жидкостью (SBF) формируется слой кальций-фосфатной фазы.
- ✓ Установлено, что на керамиках из силикатов кальция с высоким содержанием кальция (ГСК-1.45,  $\beta$ -CaSiO<sub>3</sub>) образуется нестехиометрический гидроксипатит, на остальных – аморфный фосфат кальция.
- ✓ Сферические частицы фосфатов кальция образуют на поверхности керамик слой, плотность которого выше в случае ГСК-1.45 и  $\beta$ -CaSiO<sub>3</sub>.
- ✓ Образование слоя фосфата кальция на поверхности керамик указывает на биоктивность исследованных материалов (их способность связываться с костной тканью и интегрироваться в живую систему).

***Благодарю за внимание!***