

Омский государственный университет им. Ф.М. Достоевского

Термические эффекты кремнийсодержащих фосфатов кальция



Голованова О.А.

E-mail:

Golovanova2000@mail.ru



3-я Всероссийская научная конференция
Методы исследования состава и структуры функциональных материалов

МИССФМ-2020

Новосибирск, 1-4 сентября 2020 года



Биоактивные материалы

Костная ткань



Неорганические
соединения

50%

Органические
компоненты

25%

Вода

25%

Поддерживает
формирование кости



Необходим для процесса
минерализации костной
ткани.

Стимули-
рует
образован
ие костной
ткани

ГА

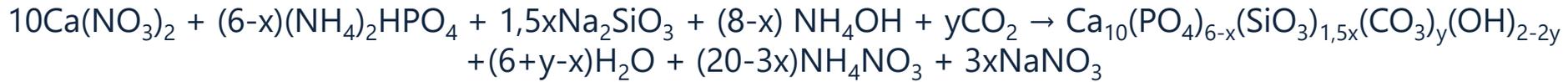
Не
вызывает
отторжения

Биологи-
чески
совместим



Цель работы: синтез и исследование
свойств модифицированного
кремнийсодержащего гидроксилпатита

Схема модельного эксперимента



Методы исследования

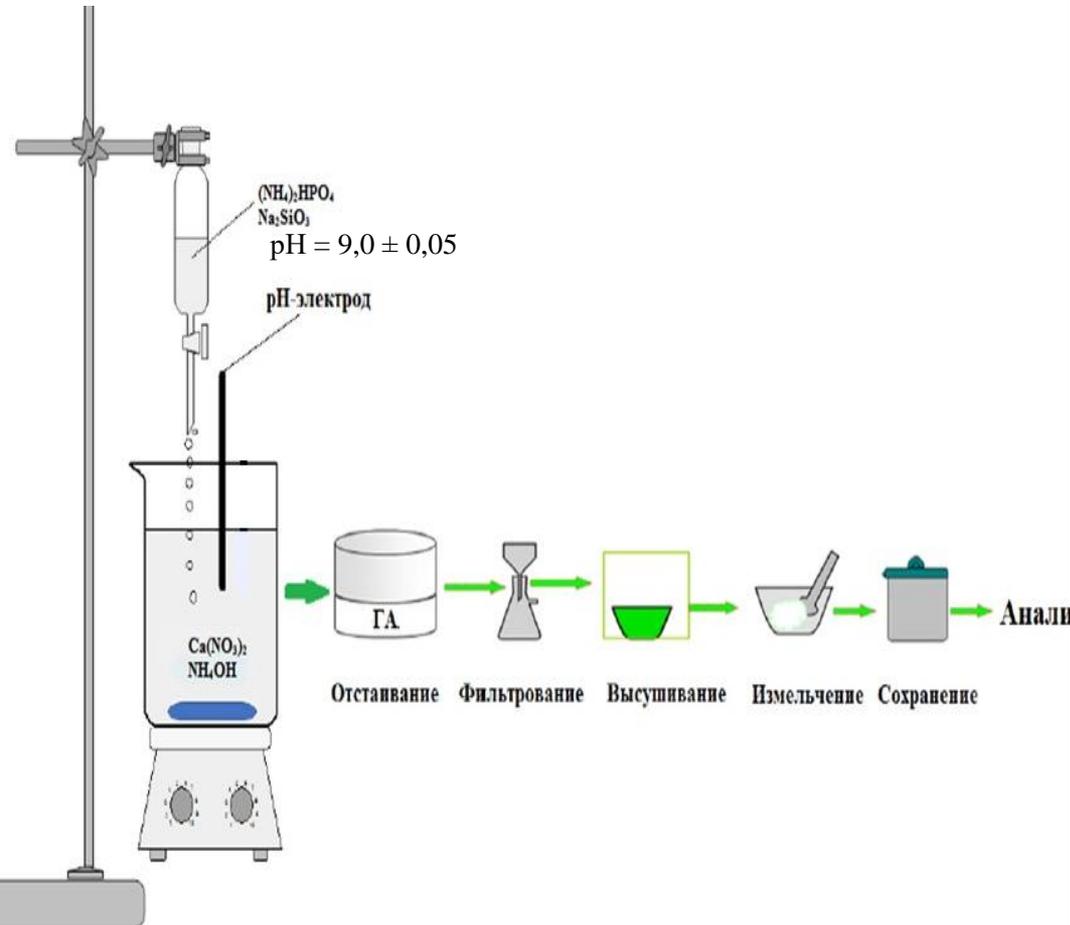


Рис. 1. Схема синтеза кремнийсодержащего гидроксилapatита.

Метод	Определяемый параметр
ИК-Фурье-спектроскопия	Функциональные группы
Оптическая микроскопия	Морфология частиц твердой фазы
Рентгенофазовый анализ	Фазовый состав образца
БЭТ	Площадь поверхности образца
Термогравиметрический анализ	Убыль массы осадка
Растворение в изотоническом растворе и в ацетатном буфере	Кинетические кривые и скорость растворения
Фотометрический метод	Концентрация ионов SiO_3^{2-} , PO_4^{3-}
Титриметрический метод	Концентрация ионов Ca^{2+}

Результаты синтеза Si-КГА

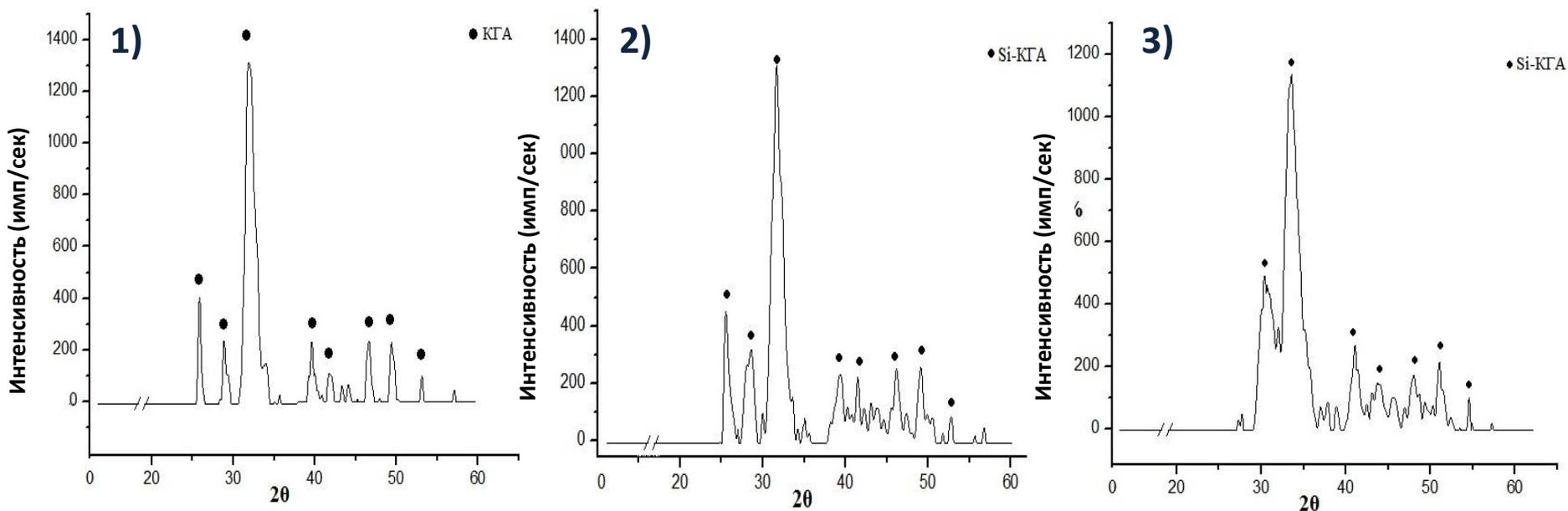


Рис. 2. Дифрактограмма осадков Si-КГА после 48 часов выдерживания:
 1) КГА, 2) КГА + $C(SiO_3^{2-})$ 15%, 3) КГА + $C(SiO_3^{2-})$ 30%

Размер кристаллитов в зависимости от концентрации силикат - ионов и времени синтеза

C (SiO_3^{2-}), %	Время синтеза 24 ч	Время синтеза 48 ч
	d, нм	
0	6,53	6,31
15	6,29	6,10
30	6,33	6,18

Результаты ИК - спектроскопии

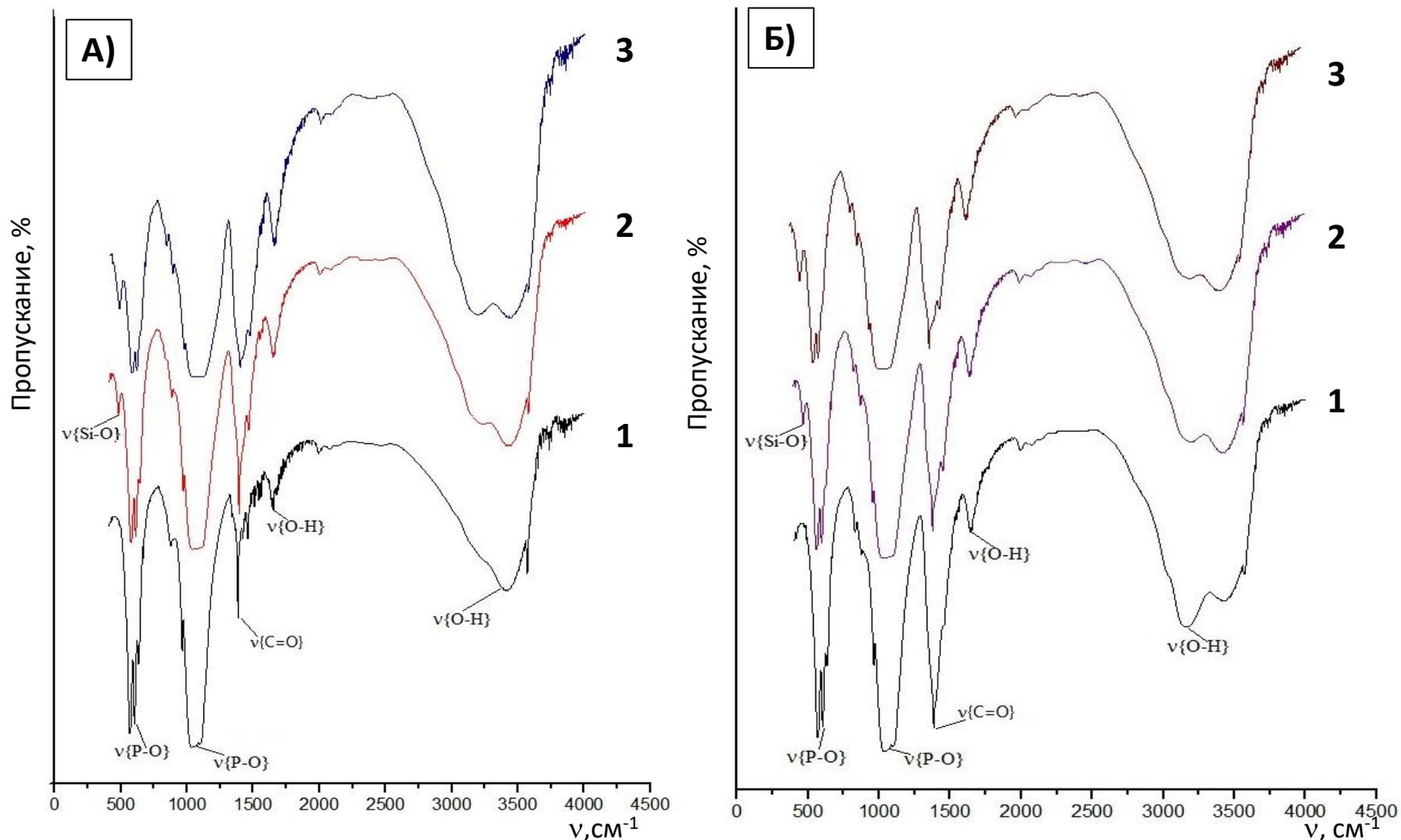


Рис. 3. ИК - спектры Si-KGA с варьированием концентрации силикат – ионов (%) и времени синтеза (ч) А) – 24, Б) – 48: 1) 0, 2) 15, 3) 30.

Результаты химического анализа

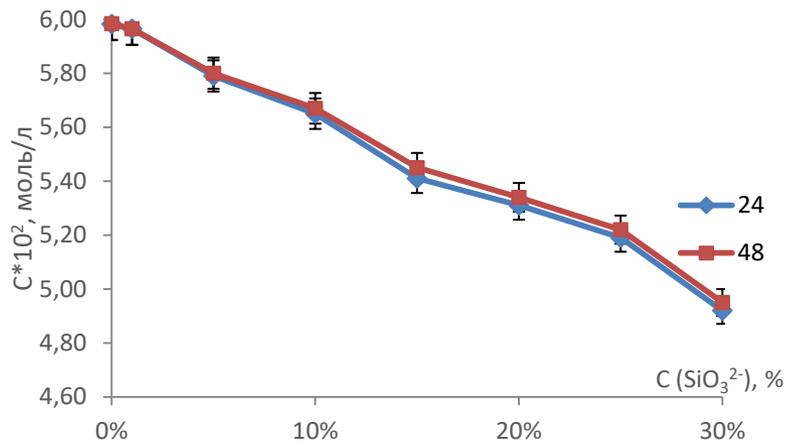


Рис. 4. Зависимость изменения содержания фосфатов в твердой фазе от содержания силикат-ионов в исходных реакционных средах

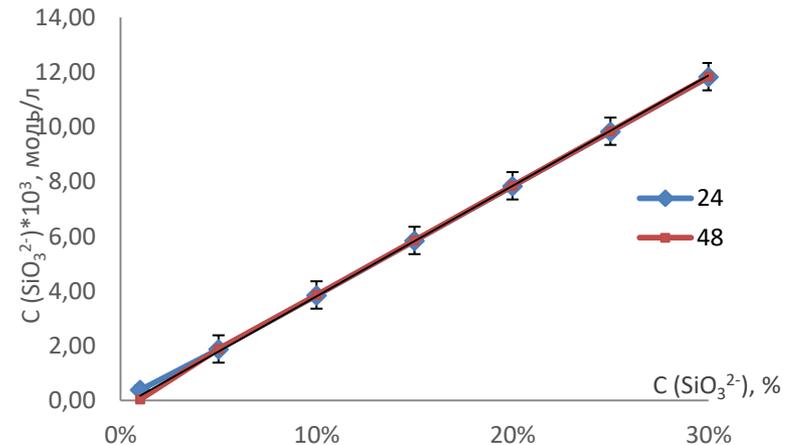


Рис. 5. Зависимость изменения содержания силикат-ионов в твердой фазе от содержания силикат-ионов в исходных реакционных средах

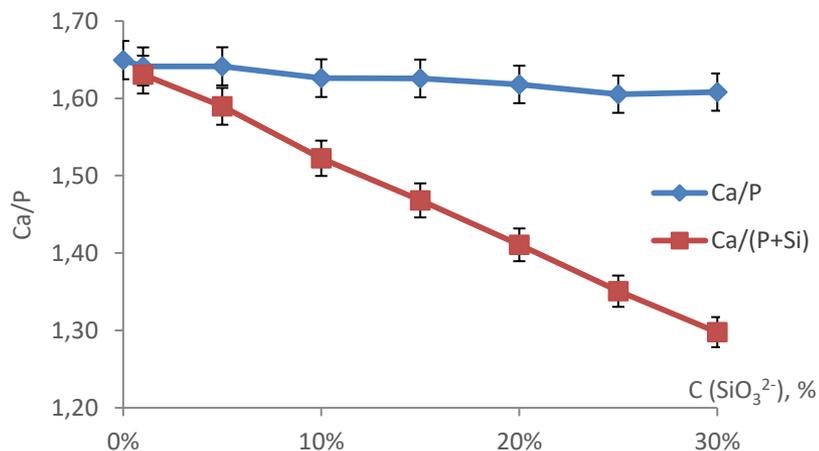


Рис.6. Изменение соотношения Ca/P в осадках от содержания силикат-ионов в исходных реакционных средах

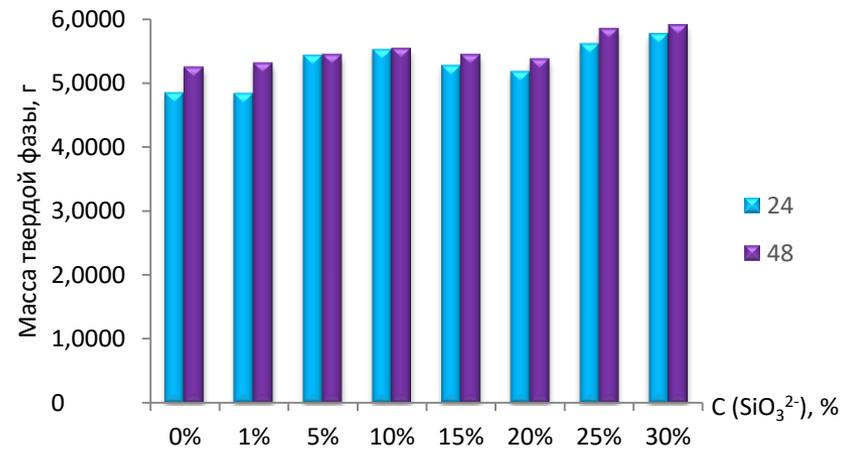


Рис. 7 Зависимость массы осадков от концентрации силикат - ионов (%) в исходной реакционной среде.

Термогравиметрический анализ

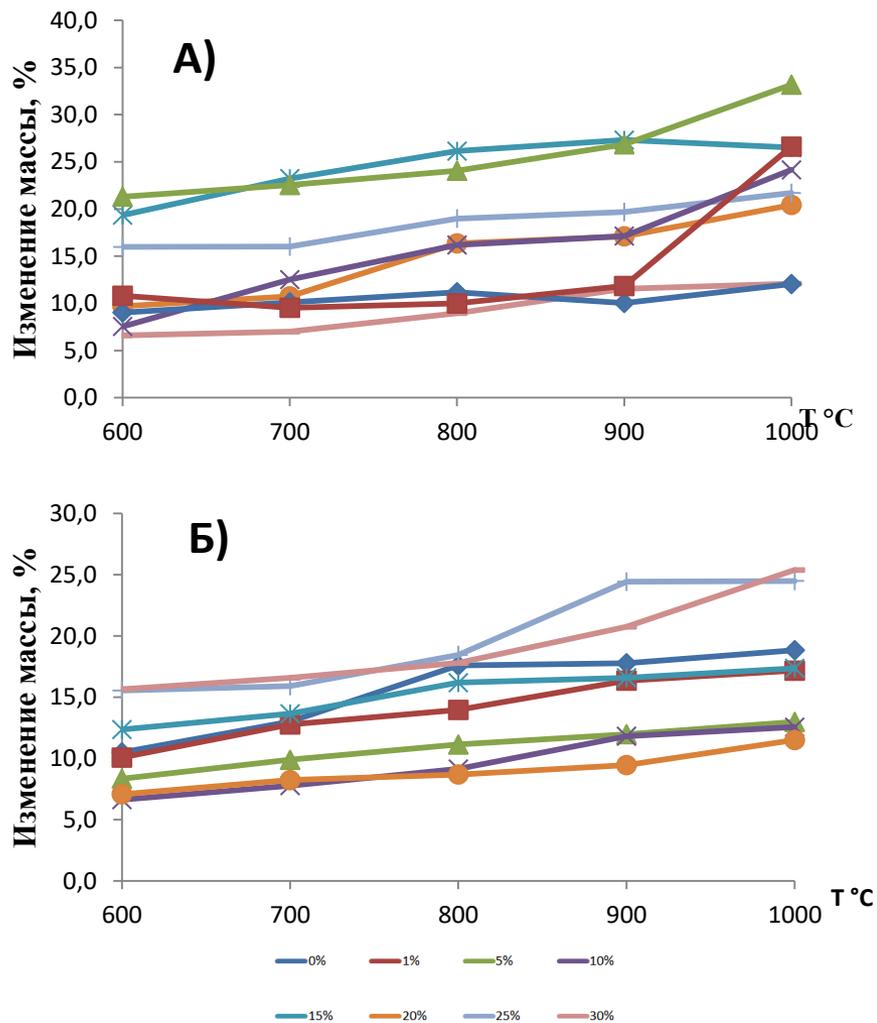


Рис. 8. Зависимость изменения массы осадка от температуры прокаливания:
А) – 24 ч, Б) – 48 ч.

Фазовые превращения в продуктах кристаллизации при термообработке

Т, К	Процесс, вызывающий убыль массы образца
298-373	Удаление химически не связанной воды $[\text{Si-КГА} \cdot \text{H}_2\text{O}] \cdot \text{H}_2\text{O}_{(\text{ТВ})} \rightarrow [\text{Si-КГА} \cdot \text{H}_2\text{O}]_{(\text{ТВ})} + \text{H}_2\text{O}_{(\text{г})} + Q$
353-503	Удаление слабосвязанной (адсорбированной) воды из состава осадка $\text{Si-КГА} \cdot \text{H}_2\text{O}_{(\text{ТВ})} \rightarrow \text{Si-КГА}_{(\text{ТВ})} + \text{H}_2\text{O}_{(\text{г})} + Q$
>873	Удаление карбонат - ионов из структуры КГА, разложение нКГА с образованием фазы β -ТКФ $\text{Si-КГА}_{(\text{ТВ})} \xrightarrow{-\text{CO}_2} \beta\text{-ТКФ} + \text{Si-ГА}$

Результаты РФА после прокаливания

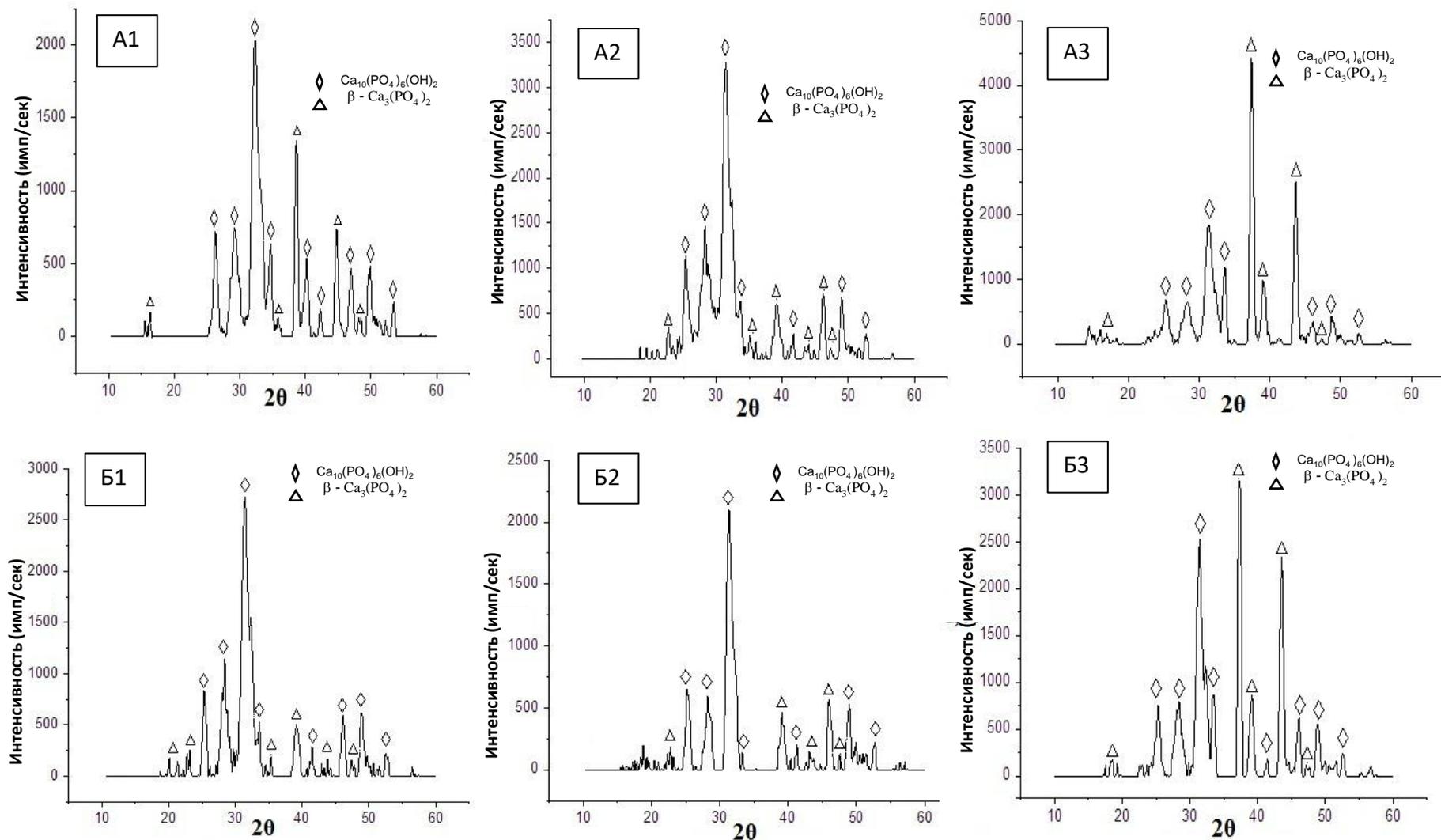


Рис. 9. Дифрактограммы осадков Si-КГА после прокаливания при $T = 800^\circ\text{C}$, время синтеза (ч) (А- 24, Б - 48): 1) КГА + $\text{C}(\text{SiO}_3^{2-})$ 5% , 2) КГА + $\text{C}(\text{SiO}_3^{2-})$ 15% , 3) КГА + $\text{C}(\text{SiO}_3^{2-})$ 30%.

Выводы

1. Результаты РФА и ИК – спектроскопии показали, что синтезированные образцы представлены кремнийсодержащим карбонатгидроксилапатитом А-типа.
2. Соотношение $Ca/(P+Si)$ уменьшается при увеличении концентрации силикат - ионов в исходном растворе, что свидетельствует об изоморфном замещении фосфатов-ионов на силикат – ионы в структуре карбанатгидроксилапатита.
3. По результатам исследования установлено, что добавка силикат – ионов увеличивает скорость растворения и удельную площадь поверхности кремнийсодержащих образцов, тем самым повышает их биорезорбируемость.
4. Выделены три основных стадии термодеструкции Si-КГА, конечным продуктом является смесь, состоящая из двух фаз: Si-ГА и β - ТКФ. Установлено, что после термической обработки возрастает скорость растворения кремнийсодержащих образцов по сравнению с осадками не подвергшимся термической обработке, так как образуется более растворимая фаза β - ТКФ.

**Спасибо за
внимание!**