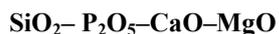


**СИНТЕЗ И СВОЙСТВА БИОАКТИВНЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ СИСТЕМЫ**

Е.А.Изосимова, Е.С.Лютова

Научный руководитель: профессор, д.т.н. Л.П.Борило

Национальный исследовательский Томский государственный университет,

Россия, г. Томск, пр. Ленина, 36, 634050

E-mail: izosimovaelenaa@gmail.com

**SYNTHESIS AND PROPERTIES OF BIOACTIVE MATERIALS BASED ON THE SYSTEM  $\text{SiO}_2\text{--}$** 

E.A.Izosimova, E.S.Lyutova

Scientific Supervisor: Prof., Dr. L.P.Borilo

Tomsk State University, Russia, Tomsk, Lenin str., 36, 634050

E-mail: izosimovaelenaa@gmail.com

**Abstract.** *The article presents the results of synthesis and studies of the physico-chemical properties of biomaterials based on oxide system  $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO--MgO}$ . Solution with different contents of calcium and magnesium were prepared by the sol-gel method. Tetraethyl orthosilicate (TEOS), phosphoric acid ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ), calcium nitrate ( $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2\cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) and magnesium nitrate ( $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2\cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) in ethanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ) were used for preparation of solution. Viscosity of the solutions was 1,72-1,82  $\text{mm}^2/\text{s}$  on the first day. Powder X-ray diffraction showed at 800°C in the samples fixed phases quartz  $\text{SiO}_2$ , whitlockite ( $\text{Ca}_{2,589}\text{Mg}_{0,411}$ )( $\text{PO}_4$ )<sub>2</sub>,  $\beta$ -cristobalite high  $\text{SiO}_2$ , stanfieldite  $\text{Mg}_3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_4$ . Chemical bonds in the powders were identified by IR spectroscopy. The surface of the powders and chemical composition was investigated by SEM and EPMA.*

**Введение.** Кальций-фосфатные биоактивные материалы привлекают большое внимание в области медицинских исследований и в настоящее время находят применение для восстановления костей и регенерации тканей в организме [1,2]. Это связано с тем, что биоактивное поведение этих материалов определяется способностью к костному срастанию. Оно в свою очередь обусловлено образованием апатитоподобного слоя, состав и структура которого эквивалентны минеральной фазе в кости. Одним из подходов для получения необходимых микроскопических и макроскопических свойств является изменение химического состава биоматериала. Ранее было доказано, что высокой биоактивностью обладает стеклокерамика на основе системы  $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO}$  [3]. Повышение биоактивности данной системы может быть достигнуто введением MgO [4]. Магний входит в первую четверку минералов в организме, а по содержанию в клетке занимает второе место. Кроме того, магний играет важную роль в развитии и восстановлении костной ткани человека за счет стимуляции пролиферации остеобластов.

**Экспериментальная часть.** Для исследования были выбраны составы на основе системы  $\text{SiO}_2\text{--P}_2\text{O}_5\text{--CaO--MgO}$  со следующим содержанием оксидов:

1 состав: 52-18-25-5; 2 состав: 52-18-20-10; 3 состав: 52-18-15-15; 4 состав: 52-18-10-20 масс.%, соответственно.

В первые сутки вязкость растворов имеет значение в интервале от 1,72 до 1,82  $\text{mm}^2/\text{s}$  в зависимости от состава раствора. На вторые сутки в растворах с содержанием магния 5, 10 и 15 масс. % наблюдалось

значительное уменьшение вязкости, а на третьи сутки выпадение белого мелкодисперсного осадка. Раствор с содержанием магния 20 масс. % устойчив в течение 13 суток.

Данные ИК-спектроскопии порошков, отожженных при 800°C представлены в таблице 1.

Таблица 1

Отнесение полос ИК-спектров порошков

Области, см <sup>-1</sup>				Группы
Состав 1	Состав 2	Состав 3	Состав 4	
1067	1067	1051	1069	Валентные колебания P=O, -PO <sub>4</sub> <sup>3-</sup> группа
954	940	960	941	
792	786	782	790	Деформационные колебания Si-O-Si
568	560	560	555	Деформационные Si-O- колебания
454	456	447	438	Деформационные Ca-O- колебания

Отсутствие характерных полос в области 1600-1200 см<sup>-1</sup> свидетельствует о полном удалении воды и органических соединений из порошков при 800°C.

Данные рентгенофазового анализа показывают, что при 600°C в синтезированных образцах не происходит образование кристаллических структур. При увеличении термической обработки порошков до 800°C идентифицируются фазы следующего состава:

Образец 1: кварц SiO<sub>2</sub>, витлокит (Ca<sub>2,589</sub> Mg<sub>0,411</sub>)(PO<sub>4</sub>)<sub>2</sub>. Образцы 2, 3 и 4: β-кristобалит SiO<sub>2</sub>, стенфилдит Mg<sub>3</sub>Ca<sub>3</sub>(PO<sub>4</sub>)<sub>4</sub>

Полученные данные РФА подтверждают ИК-спектроскопические исследования о встраивании кальция и магния в кремнийкислородный каркас, что положительно влияет на биосвойства материалов.

На рисунке 1 изображены микрофотографии порошков, полученных при 800°C. Частицы порошков являются пористыми, что связано с удалением газообразных веществ при термообработке. Для образцов с увеличением содержания магния в системе характерно уменьшение пористости.

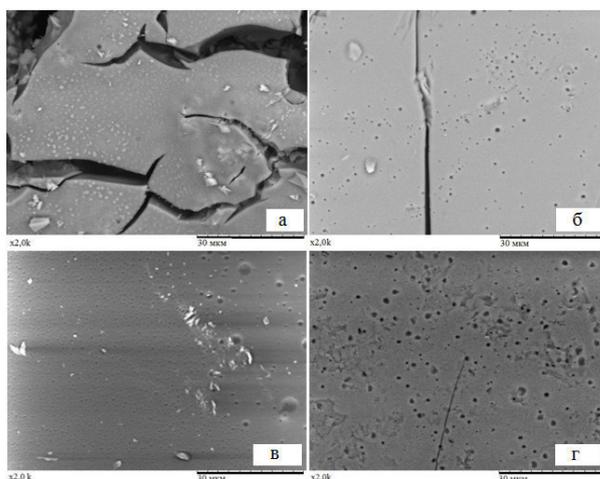


Рис. 1. Микрофотографии поверхности порошков и профиль линейного распределения элементов для системы SiO<sub>2</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-CaO-MgO, где а) 52-18-25-5; б) 52-18-20-10, в) 52-18-15-15, г) 52-18-10-20 (масс.% соответственно)

На рисунке 2 представлены профили линейного распределения элементов. Результаты рентгеноспектрального микроанализа показывают, что элементы в образце распределены равномерно.

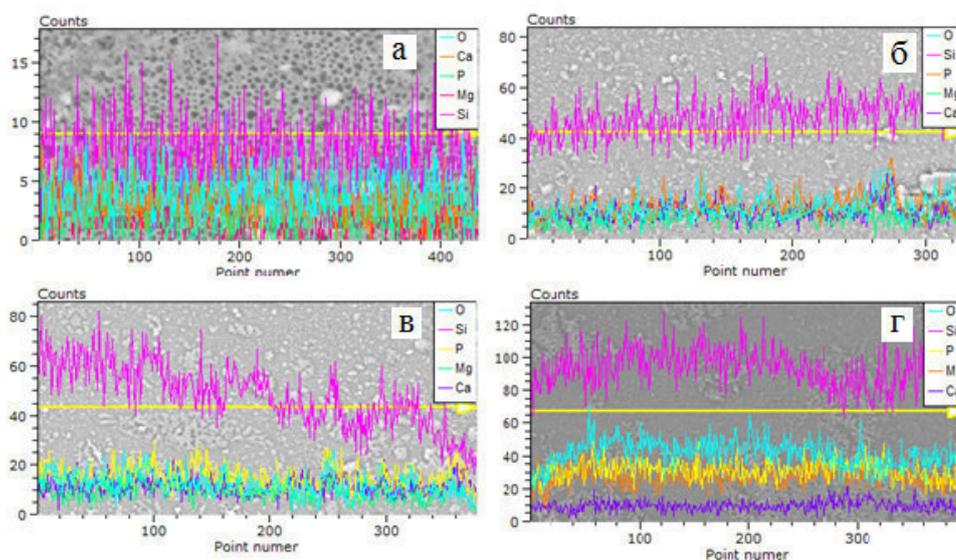


Рис. 2. Профили линейного распределения элементов (O, Si, P, Mg, Ca), где а) 52-18-25-5; б) 52-18-20-10, в) 52-18-15-15, г) 52-18-10-20 (масс.% соответственно)

**Закключение.** Золь-гель методом получены растворы на основе этилового спирта, тетраэтоксисилана, фосфорной кислоты, нитратов кальция и магния. В растворе с содержанием магния 20 масс. % формируется коллоидная система. Растворы с содержанием магния 5, 10 и 15 масс. % устойчивы до двух суток. Результаты ИК-спектроскопических исследований и рентгенофазового анализа показали, что кальций и магний встраиваются в кремнийкислородный каркас с образованием таких фаз, как кварц  $\text{SiO}_2$ , витлокит  $(\text{Ca}_{2,589}\text{Mg}_{0,411})(\text{PO}_4)_2$ ,  $\beta$ -кristобалит  $\text{SiO}_2$ , стенфилдит  $\text{Mg}_3\text{Ca}_3(\text{PO}_4)_4$ , с характерными полосами поглощения связей P=O, Si-O-Si, Si-O-, Ca-O- в области  $1000\text{-}400\text{ см}^{-1}$ . Методом рентгеноспектрального микроанализа установлено равномерное распределение элементов по поверхности порошков.

Работа выполнена в рамках гранта президента МК-771.2018.3.

#### СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Surmenev R.A., Surmeneva M.A., Ivanova A.A. Significance of calcium phosphate coatings for the enhancement of new bone osteogenesis – A review // *Acta Biomaterialia*. – 2014. – Vol.10. – P. 557 – 559.
2. Owens G.J., Singh R.K., Foroutan F., Alqaysi M., Han C.-M., Mahapatra C., Kim H.-W., Knowles J.S. Sol-gel based materials for biomedical applications // *Progress in Materials Science*. – 2016. – Vol.77. – P. 1 – 79.
3. Борило Л.П., Лютова Е.С. Синтез и свойства биоактивных тонкопленочных материалов на основе систем  $\text{SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5\text{-CaO}$  и  $\text{SiO}_2\text{-P}_2\text{O}_5\text{-CaO-TiO}_2$  // *Неорганические материалы*. – 2017. – Т. 53. – № 4. – С. 1-6.
4. Rabiee S.M., Nazparvar N., Azizian M., Vashae D., Tayebi L. Effect of ion substitution on properties of bioactive glasses: A review // *Ceramics International*. – 2015. – Vol. 41. – № 6. – P. 7241 – 7251.