**Пінчук Наталія Дмитрівна. Процеси пресування і спікання порошкових сумішей на основі гідроксиапатиту і склоутворюючих компонентів і розробка нового композиційного біоматеріалу: дисертація канд. техн. наук: 05.16.06 / НАН України; Інститут проблем матеріалознавства ім. І.М.Францевича. - К., 2003**

|  |  |
| --- | --- |
|

|  |
| --- |
| **Пінчук Н.Д. Процеси пресування і спікання порошкових сумішей на основі гідроксиапатиту і склоутворюючих компонентів і розробка нового композиційного біоматеріалу. – Рукопис.***Дисертація на здобуття наукового ступеня кандидата технічних наук за спеціальністю 05.16.06 – порошкова металургія та композиційні матеріали. – Інститут проблем матеріалознавства імені І.М.Францевича Національної Академії наук України, Київ, 2003.*Розроблено матеріалознавчий підхід до реалізації ідеї створення нових біоматеріалів для імплантації на основі композитів типу гідроксиапатит-склофаза методами порошкової металургії на основі суміші біологічного гідроксиапатиту (Ca10-Х(PO4)6(OH)2, Ca/P=1,63-1,65) і склоутворюючих компонентів (SiO2, Na2CO3, H3BO3) з вмістом склофази в композитах від 30 до 70 %(мас.).Спікання вказаних порошкових сумішей може бути віднесено до рідкофазного спікання з добре змочуючою рідкою фазою, яке ускладнене процесами газовиділення з втратою маси і пружною релаксацією. В процесі спікання відбувається спінення розплавленої скломаси, утворення в ній закритих пор та анізотропія об’ємних змін зразків, формування поліпористої структури композитів.Одержані композити мають широкий діапазон властивостей в залежності від складу вихідної шихти та використаного технологічного режиму. Максимальна пористість зразків композитів досягає 60 %, максимальні розміри пор - 300 мкм, а масимальна міцність на стиск - 217 МПа. На основі дослідження особливостей пресування і спікання порошкових композитів та виявлення генезису їх пористої структури оптимізовані склади і технологічні режими одержання композитів з підвищеними механічною міцністю і біоактивністю. Реалізована успішна апробація цих матеріалів як імплантатів в хірургічній практиці, що підтвердило їх високі біоактивні властивості та можливість їх використання як пластичного матеріалу для заміщення дефектів кісткової тканини. |

 |
|

|  |
| --- |
| 1. Розроблено матеріалознавчий підхід до реалізації ідеї створення нових біоматеріалів для імплантації на основі композитів гідроксиапатит/склофаза, яка передбачає використання гідроксиапатиту біологічного походження, цілком тотожного за складом мінералу кісткової тканини людини.На основі дослідження особливостей пресування і спікання порошкових композитів і генезису їх пористої структури оптимізовані склади і технологічні режими одержання композитів з підвищеними механічною міцністю і біоактивністю та реалізована успішна апробація цих матеріалів в хірургічній практиці.2. При дослідженні пресування порошкових сумішей біологічного гідроксиапатиту (Ca10-Х(PO4)6(OH)2, Ca/P=1,63-1,65) і склоутворюючої шихти (SiO2, Na2CO3, H3BO3) для приготування композитів виявлені такі особливості:- порошкова суміш Ca10-Х(PO4)6(OH)2 + (SiO2, Na2CO3, H3BO3) при пресуванні ущільнюється значно краще, ніж окремі компоненти цієї суміші – гідроксиапатит біологічний і склоутворююча шихта, що пояснюється вищою щільністю утряски загальної суміші всіх компонентів (Ca10-Х(PO4)6(OH)2, SiO2, Na2CO3, H3BO3);- при наявності розшарування при окремо пресованих порошків гідроксиапатиту і суміші склоутворюючих компонентів їх загальна суміш не має розшарування при пресуванні, що може бути пов’язано з меншою неоднорідністю розподілу пружних напружень у загальній суміші при пресуванні.3. Встановлені особливості спікання порошкових сумішей біологічного гідроксиапатиту і склоутворюючої шихти для приготування композитів, які дозволяють ототожнити цей процес з процесом одержання пористих силікатних будівельних заповнювачів типу перлітів:- наявність ознак рідкофазного спікання з добре змочуючою рідкою фазою, яке ускладнене процесами газовиділення і пружною релаксацією;- супроводження спікання великою втратою маси (до 17 %), яка обумовлена газоутворенням і виділенням газоподібних продуктів: Н2О, В2О3, СО2;- газоподібні продукти в процесі спікання спінюють розплавлену скломасу, утворюючи в ній закриті пори, розмір яких залежить від характеристики в’язкості скломаси і поверхневого натягу;- вихідна пориста структура пресовки з повною відкритою пористістю, трансформується в процесі спікання в систему з переважно закритою пористістю внаслідок просочення відкритих пор спіненою рідкою скломасою;- при спіканні пресованих зразків вихідної порошкової шихти КМ спостерігається деяка анізотропія об’ємних змін: усадка матеріалу в радіальному напрямку і зростання у висоту до 35 %. Аксіальне зростання може бути обумовлене розпираючою однонаправленою дією газів через анізотропію включень утвореної рідкої склофази в зразку, що спікається. У випадку спікання пресованих зразків з порошку попередньо спеченого матеріалу цієї ж суміші, який характеризується практичною відсутністю газовиділення при спіканні аксіальне зростання пояснюється пружною післядією, що реалізується при термічній активації.4. Встановлено, що використання в складі вихідної шихти композитів сполук, що виконують подвійну функцію склоутворювача і газоутворюючого пороутворювача, приводить до формування поліпористої структури в процесі рідкофазного спікання порошків з максимумами розподілу основних груп пор поблизу 2, 10 і 40 мкм.Порівняльне дослідження порової структури для зразків композитів і такої мінералу кісткової тканини дозволило встановити їх якісну подібність. Тримодальний розподіл пор за розмірами в композитах, в кількісному відношенні відрізняється від такого в мінералі кістки лише у розмірах великих пор (більше 40 мкм).5. В результаті комплексу проведених досліджень розроблена технологія одержання нових композиційних матеріалів типу гідроксиапатит/склофаза з поліпористою структурою та широким діапазоном властивостей. Одержані та досліджені зразки композитів 12 основних складів з вмістом гідроксиапатиту (30-70) %(мас.) характеризуються пікнометричною густиною від 2,58 до 2,94 г/см3, загальною пористістю від 12 до 60 %, розмірами пор до 300 мкм, значною сорбційною здатністю насичення лікарськими препаратами до 0,50 %(мас.)/см2, міцністю на стиск до 220 МПа, на згин до 34 МПа, модуль Юнга до 34 ГПа.Була розроблена технічна документація (Технічні умови та Технологічна інструкція) для подальшого впровадження в практику технології одержання склокристалічних біоматеріалів.6. Клінічні дослідження біоматеріалів (“in vivo”) підтвердили результати проведених раніше дослідів “in vitro”, які встановили їх значну взаємодію із штучним фізіологічним середовищем.Дослідження заміщення кісткових дефектів тварин імплантатами з композитів типу гідроксиапатит/склофаза, підтвердили їх високі біоактивні властивості, а саме: в період 3-5 тижнів після імплантації вростання остеогенної тканини та кровоносних судин в пори матеріалу з наступною його резорбцією, швидке формування густої мережі клітин-попередників та утворення нової кісткової тканини.Клінічні дослідження заповнення кісткових порожнин біоматеріалами з вмістом гідроксиапатиту більше 50 %(мас.) у пацієнтів з пухлиноподібними захворюваннями кінцівок підтвердили можливість їх використання як пластичного матеріалу у вигляді гранул та блоків для заміщення дефектів кісткової тканини в хірургічній практиці. |

 |