

УДК 616.7-089.843:615.465:666

Біоактивні градієнтні керамічні покриття для ендоссальних імплантатів (експериментальні дослідження)

А.М.Потапчук

Ужгородський державний університет. Україна

Properties and possibilities of osteointegration of implants made of titanium without and with coatings of alumina and hydroxyapatite ceramics (gradient, double-layer and of mixture of these ceramics) were studied with help of X-ray diffractometry and scanning electronic microscopy, as well as in an experiment on 16 animals (rabbits). It turned out that there were processes of osteogenesis and integration of the coating material with the osseous tissue around titanic implants with a ceramic coating, the best indices being characteristic of implants with the ceramic gradient coating.

Вступ

Для усунення побічної дії та прискорення процесів остеоінтеграції металевих імплантатів на їх поверхню наносять тонкий шар біологічно активного матеріалу з певною пористою структурою та морфологією поверхні, вираженими адгезивно-когезивними властивостями [3, 8].

Ведуться роботи з удосконалення і створення нових технологій нанесення біоактивних матеріалів на основу імплантату, а також використання для покриття композицій на основі гідроксилапатиту (ГА) [2, 6].

Нами розроблена методика одержання градієнтних покриттів на основі біологічно активного ГА та інертного Al_2O_3 з заданим розподілом концентрацій за товщиною [5, 7, 9].

С помощью рентгеновской дифрактометрии и сканирующей электронной микроскопии, а также в эксперименте на 16 животных (кроликах) изучены свойства и возможности остеоинтеграции имплантатов из титана без и с покрытиями из корундовой и гидроксилapatитной керамики (градиентным, двухслойным и из смеси этих керамик). Оказалось, что были выражены процессы остеогенеза и интеграции материала покрытия с костной тканью вокруг титановых имплантатов с керамическим покрытием, причем наилучшие показатели имели имплантаты с керамическим градиентным покрытием.

Матеріал і методи

Для напилення покриттів використовувався порошок оксиду алюмінію та порошок ГА на пластинки титану. Напилення проводилось на модифікованій установці плазмового напилення, що забезпечує одержання одношарових, двошарових, а також градієнтних покриттів з заданим розподілом компонентів за товщиною (в середньому 200 мкм).

З метою моделювання процесів резорбції градієнтного біоактивного покриття, які протікають в організмі, взірці протравлювались в рідині, що імітує фізіологічне середовище, з подальшою рентгенівською дифрактометрією, скануючою електронною мікроскопією.

Титанові штифти циліндричної форми (ви-

сота — 7 мм, ширина основи — 2 мм) покривали керамічним матеріалом, що відрізнявся структурою: градієнтне, двошарове (ГА поверх алюмооксидної кераміки) та із суміші керамічних мас.

У експериментах на 16 кроликах вивчено процес кісткоутворення та остеоінтеграції при імплантації взірців у губчасту кістку дистального епіфізу стегнової кістки через 7, 14, 30 та 60 діб.

Проведено чотири серії експериментів: контрольна серія — титановий штифт без покриття; дослідна серія 1 — з градієнтним покриттям; дослідна серія 2 — з двошаровим покриттям; дослідна серія 3 — з покриттям із суміші керамічних мас.

Співвідношення площин новоутворених тканин навколо імплантованих штифтів обчислювали за методом Автанділова [1]. Одержані показники оброблялись статистично за методом Стюдента на комп'ютері IBM PC/AT з використанням спеціальних програм.

Результати та їх обговорення

На підставі результатів вимірювань (табл.) можна стверджувати, що величина адгезії та мікротвердості в одношарових покриттях із ГА значно нижча порівняно з двошаровими та градієнтними на основі Al_2O_3 -ГА. З'ясовано, що величина адгезії не залежить від розподілу компонентів за товщиною, оскільки сила зчеплення покриття з титановою підкладкою визначається нижніми шарами градієнтного покриття, які складаються з Al_2O_3 . Таким чином, одержані нами двошарові градієнтні покриття з окремими властивостями значно перевершують одношарові на основі ГА.

Рентгеноструктурні дослідження одношарових покриттів ГА на титанових підкладках виявили чітку кристалічну структуру покриттів, яка відповідає структурі порошку. Водночас відзначається наявність незначного дифузійного максимуму розсіювання на дифрактограмах, що свідчить про амфорну фазу в одношарових покриттях ГА. Подібні результати одержано на плівках ГА при тих же товщинах [10–12]. У двошарових покриттях Al_2O_3 -ГА,

Таблиця. Результати вимірювання механічних властивостей та пористості покриттів

Зразок	Адгезія, МПа	Мікротвердість, МПа	Пористість, %
Al_2O_3	42	20500	10,6
ГА	22	12600	4,9
Al_2O_3 -ГА	37	17500	11,8
Градієнтн. Al_2O_3 -ГА	35	18000	13,3

з товщинами обох шарів біля 100 мкм, відсутня амфорна фаза ГА, дифрактограми вказують на збільшення розмірів кристалітів ГА в двошарових плівках порівняно з одношаровими. Це пояснюється тим, що в двошарових покриттях ГА осаджується на поверхні шару Al_2O_3 , теплопровідність якого значно нижча від теплопровідності титану, і зменшує швидкість охолодження частинок ГА. В одержаних градієнтних покриттях відзначається певна залежність структури від закону розподілу компонентів Al_2O_3 та ГА за товщиною. Так, при зміні концентрації ГА за товщиною плівок, дифракційні піки, які відповідають за гідроксилпатитну фазу, ширші, ніж у випадку двошарового покриття однакової товщини, а також проявляється незначний дифузійний максимум.

Для градієнтних покриттів з плавною зміною концентрації ГА при товщинах, відповідних попередньому випадку, проявляються структурні особливості, ближчі до двошарового покриття, тобто величина кристалітів ГА збільшується, а амфорна фаза практично зникає. На одержаних дифрактограмах градієнтних покриттів, крім ліній, що відповідають ГА, наявні піки, що відповідають фазі Al_2O_3 . Величина градієнта впливає лише на інтенсивність піків Al_2O_3 і не призводить до виникнення в покриттях нових сполук. Рентгеновські дослідження, як двошарових, так і градієнтних покриттів, свідчать, що після протравлювання в плівках залишається тільки кристалічний Al_2O_3 .

Отже, регульований розподіл компонентів Al_2O_3 та ГА за товщиною покриття робить можливим попереднє визначення фазового

складу та величини кристалітів у біосумісних покриттях. Рентгенологічне дослідження перерізу двошарового зразка однакової товщини (рис. 1) у вторинних рентгенівських променях виявило чітку межу між Al_2O_3 та ГА.

На рис. 2 приведено топологічну картину градієнтного покриття, протравленого в рідині, що імітує фізіологічне середовище. Видно, що протравлювання градієнтного покриття призводить до виникнення значних пор дендритного виду в шарі Al_2O_3 , причому діаметр їх на поверхні складає більше ніж 100 мкм, що є достатнім для вrostання новоутвореної кісткової тканини в процесі остеоінтеграції імплантатів [4].

Аналізуючи одержані результати, можна зробити висновок, що при нанесенні на титановий імплантат градієнтного покриття із біоактивного ГА та інертного Al_2O_3 в процесі остеоінтеграції імплантату в організмі відбувається закономірна резорбція біоактивного компонента. Це, в свою чергу, приводить до утворення по всій довжині ендоссальної частини імплантату дендритної структури змінної пористості, що значно покращує його ретенцію, збільшує площу контакту імплантату з новоутвореною кісткою, підвищує його біомеханічні властивості.

У процесі експериментальних досліджень на кроликах встановлено, що імплантовані штифти знаходились у кістці та з зовнішнього боку покрились тонким шаром сполучної тканини.

Мікроскопічне дослідження показало, що через 7 діб навколо всіх імплантованих штифтів утворювалась грануляційна тканина з макрофагами, клітинами фібро- та остеобластичного ряду з неоднорідною щільністю клітин у ділянці штифтів (найнижча щільність спостерігалась безпосередньо біля титанового штифта).

Через 14 діб біля штифтів з керамічними покриттями виявляли ділянки остеогенної тканини та новоутворені кісткові трабекули із щільно розташованими на поверхні остеобластами. Відзначали значні за обсягом ділянки безпосереднього контакту новоутворених кісткових трабекул і керамічного матеріалу, зокрема навколо штифта з градієнтним кера-



Рис. 1. Переріз товщини градієнтного покриття Al_2O_3 -ГА на підкладці із титану

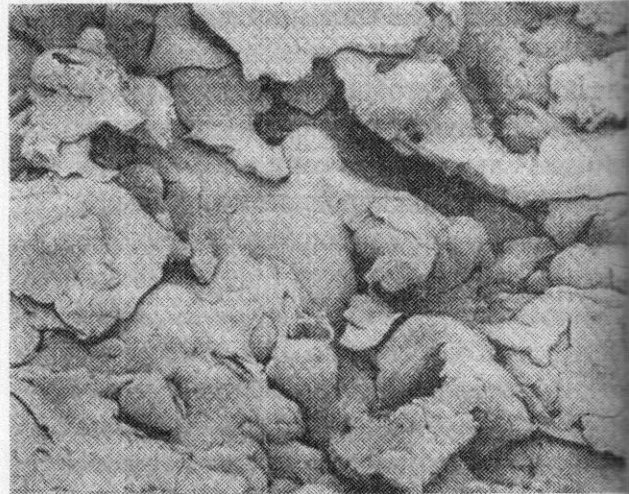


Рис. 2. Топологічна картина поверхні градієнтного покриття Al_2O_3 -ГА після протравлювання в рідині, що імітує фізіологічне середовище

мічним покриттям. Остеобласти з великими гіперхромними ядрами та цитоплазмою з численними розвиненими мембранними органами розташовувались безпосередньо на керамічному матеріалі.

Водночас штифти з двошаровим покриттям на більших за обсягом ділянках були оточені остеогенною тканиною з незначними осередками новоутворених кісткових трабекул. Навколо штифта з покриттям із суміші керамічних має зрілі кісткові трабекули виявлено лише на незначних ділянках. Безпосередньо біля штифта спостерігалась грубоволокниста кісткова тканина та невеликі ділянки сполуч-

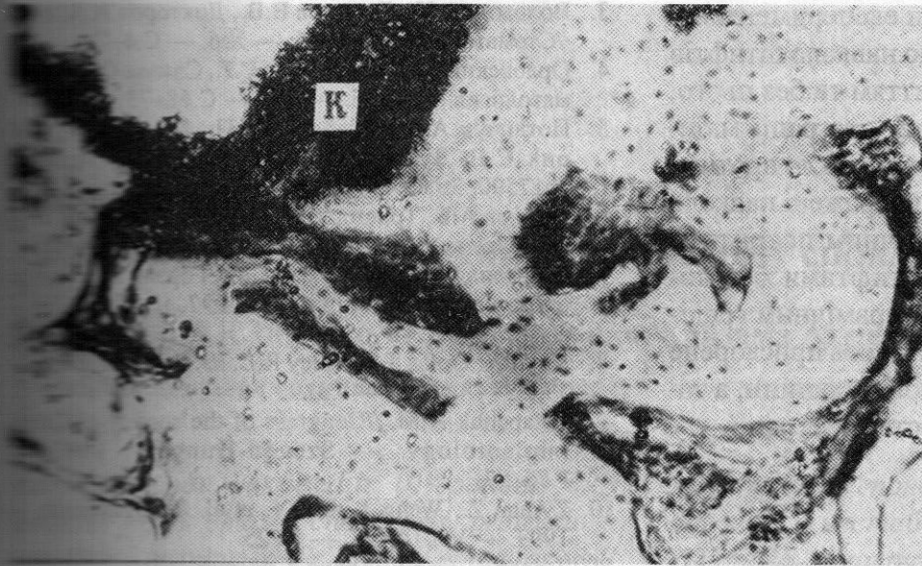


Рис. 3. Ділянка новоутвореної губчастої дрібноп'ясткої кісткової тканини навколо штифта з градієнтним керамічним покриттям (К). 60 днів після імплантації. Гематоксилін і еозин. $\times 360$

тканини. Значні за обсягом тяжі неоформленої щільної волокнистої сполучної тканини збиралися поблизу титанового штифта майже по всій поверхні. Лише на деякій відстані від нього новоутворені кісткові трабекули формували великопетлясті структури.

При кількісній морфометричній оцінці співвідношення новоутворених навколо штифтів тканин встановлено, що найбільша площа кісткових трабекул (65%) спостерігалася біля штифтів з градієнтним покриттям, тоді як навколо штифтів з покриттям із суміші керамічних мас — лише 40%. Біля титанових штифтів 10% площі займала незріла кісткова тканина — остеїд, решта — сполучна тканина.

Через 30 днів на поверхні штифта з градієнтним покриттям спостерігався безпосередній контакт зрілих кісткових трабекул з керамічним матеріалом, кісткова тканина проростала в щільну покриття. Аналогічний результат спостерігано і в разі використання штифта з двошаровим покриттям, проте площа проростання кісткової тканини у керамічний матеріал була більшою у першому випадку.

Біля штифта з покриттям із суміші керамічних мас виявлено ділянки незрілих кісткових трабекул та остеїд.

Біля неоформленої щільної сполучної тканини з невеликими осередками кісткових трабекул спостерігалися навколо титанового штифта.

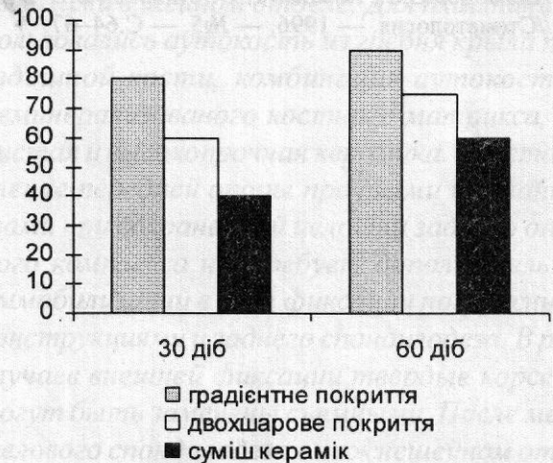


Рис. 4. Співвідношення площин поверхні імплантату і контактуючої кісткової тканини (в %)

Через 60 днів майже вся поверхня штифта з градієнтним покриттям була щільно оточена новоутвореною губчастою кістковою дрібнопетлястою тканиною (рис.3), що підтвердили морфометричні дані (рис.4). Поблизу штифтів з покриттям із суміші керамічних мас, зберігалися осередки остеїда та незрілих кісткових трабекул площею 20 та 35% відповідно. Безпосередній контакт кісткової тканини з керамічним матеріалом у цих випадках був меншим.

Навколо титанових штифтів поряд з ділянками зрілої кісткової тканини наявні осередки остеїда. На 48% площі неоформлена щільна волокниста сполучна тканина контактує безпосередньо з металом (рис. 4).

Таким чином, результати експериментальних досліджень свідчать, що навколо штифтів з різним керамічним покриттям та без нього, процеси кісткоутворення та інтеграції матеріалу покриття з кістковою тканиною протікають по різному: вони більш виражені навколо титанових штифтів з керамічним покриттям порівняно з титановими штифтами без покриття. Навколо штифтів з керамічним градієнтним покриттям спостерігалось прискорене утворення та зрілість кісткової тканини, а також завершення процесу остеоінтеграції.

Література

1. Автандилов Г.Г. Медицинская морфометрия. — М.: Медицина, 1990. — 380 с.
2. Алимпов С.С., Ковалев И.О., Лиханов В.В. и др. //Стоматология. — 1996. — №5. — С.64–67.
3. Воложин А.И., Лиханов В.В., Докторов А.А. и др. //Стоматология. — 1996. — №6. — С.4–7.
4. Орловский В.П., Курдюмов С.Г., Сливка О.В. //Стоматология. — 1996. — №3. — С.68–73.
5. Потапчук А.М., Шаркань Й.П., Горзов І.П., Гаврик Є.В. Зубний імплантат. Патент України №17590, 30.09.1996.
6. Фролов А.Г., Триандафиллидис С., Новиков С.В. и др. //Стоматология. — 1995. — №3. — С.9–11.
7. Шаркань Й.П., Потапчук А.М., Горзов І.П. та інші //Новини стоматології. — 1997. — №4(13). — С.71–75.
8. Kay J.F., Gales T.S., Riley R.L. //J. Prosthet. Dent. — 1987. — Vol.58. — P.339.
9. Potapchuk A.M. //Congress of the society of Dental implantology. — Szeged-Hungary, 1997. — P.56–57.
10. Zyman Z., Weng J., Liu X. et al. //Biomaterials. — 1993. — Vol.14, N3. — P.225.
11. Zyman Z., Cao Y., Zhang X. //Biomaterials. — 1993. — Vol.14, N15. — P.1140.
12. Zyman Z., Weng J., Liu X. et al. //Biomaterials. — 1994. — Vol.15, N2. — P.151.