

Федеральное государственное бюджетное учреждение науки  
Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук

Научный доклад  
по теме научно-квалификационной работы (диссертации)

Железо и марганец замещенные фосфаты кальция и композиционные гидрогели на  
их основе для медицинского назначения

Направление подготовки: 18.06.01 Химическая технология

Направленность подготовки Технология силикатных и тугоплавких неметаллических  
материалов

Научная специальность 05.17.11 Технология силикатных и тугоплавких неметаллических  
материалов

Отрасль науки технические науки

Аспирант



Баранов Олег Витальевич

Научный руководитель:

К.т.н., доцент



Федотов Александр Юрьевич

Москва 2020 г.

## Оглавление

Введение .....	3
Основная часть.....	6
1. Материалы и методы .....	6
2. Результаты и их обсуждение .....	7
2.1 <i>Металл-допированный дикальцийфосфат дигидрат</i> .....	7
2.2 <i>Металл-допированный октакальций фосфат</i> .....	9
Заключение .....	14

## Введение

Для регенерации костной ткани человека аутотрансплантаты по-прежнему являются так называемым «золотым стандартом» благодаря их остеоиндуктивным, остеогенным и остеокондуктивным регенеративным свойствам. Эти свойства основаны на различных компонентах трансплантированной костной ткани: кальцинированном костном матриксе, различных типах костных клеток, т.е. остеобластах, остеоцитах и остеокластах, а также соединительной ткани, включая сосудистую сеть и, таким образом, эндотелиальные клетки, а также другие, различные типы клеток, такие как макрофаги и фибробласты, среди прочего, являются компонентами аутотрансплантатов. Кроме того, связанные с костью белки, такие как члены семейства костных морфогенетических белков (BMP) или остеопонтин, остеоонектин и остеокальцин, помимо ионов металлов, связанных с матриксом и клетками, являются неотъемлемыми частями аутотрансплантатов. Аутотрансплантат представляет собой физиологически активный трансплантат, так как все эти компоненты позволяют поддерживать процесс регенерации кости после имплантации в зону дефекта. Однако для наложения аутотрансплантатов требуется забор здоровой костной ткани из другой части тела, то есть из экстраоральных участков, таких как гребень бедра, или внутриротовых локализаций, таких как ветвь нижней челюсти. Таким образом, одним из недостатков использования костных аутотрансплантатов является вторая сторона дефекта, которая создается для забора костной ткани. Помимо различных осложнений, которые могут сопровождать это второе хирургическое вмешательство, количество костной ткани из других мест часто ограничено и, таким образом, недостаточно для заполнения костного дефекта.

Помимо аутотрансплантатов, за последние десятилетия были разработаны различные, так называемые, костнозамещающие материалы для решения проблем с костными аутотрансплантатами. В этом контексте различают два основных класса материалов: костные заменители на основе «природных» прекурсоров и синтетические материалы. Материалы для замены костей на натуральной основе в основном производятся из костей человека или животных (алло- и ксенотрансплантаты). Для производства аллогенных заменителей кости используется костная ткань от живых доноров, то есть от головок бедренной кости, или от мертвых доноров, в то время как ксенотрансплантаты в основном обрабатываются из бычьей кости (или свиной кости). Кроме того, в течение последних десятилетий различные природные материалы на основе различных биополимеров, таких как фиброин шелка, среди многих других, были проанализированы на предмет использования в качестве заменителей кости.

Кроме того, были разработаны различные синтетические материалы, заменяющие костную ткань, и большинство из этих материалов, которые используются в клинической практике, основаны на фосфатах кальция, таких как гидроксиапатит (ГА) или  $\beta$ -трикальцийфосфат ( $\beta$ -ТКФ). Было показано, что даже смеси этих соединений обеспечивают хорошие результаты заживления на основе комбинированного поведения разложения. Кроме того, был протестирован ряд других синтетических материалов, также в сочетании с такими методами, как процедуры трехмерной печати, и было показано, что они подходят для регенерации кости.

Однако регенеративные свойства всех вышеупомянутых биоматериалов ограничены, особенно по сравнению с аутотрансплантатами, поскольку большинство материалов, заменяющих костную ткань, обеспечивают только основу для остеокондуктивного роста кости. До сих пор не было разработано костного заменителя, который обладал бы сравнимой регенеративной способностью с аутотрансплантатами.

Для решения этой проблемы были разработаны различные стратегии. Первая группа концепций включает синтетические материалы-заменители кости с контролируемыми характеристиками материала, такими как пористость или (нано) топография. Было высказано предположение, что даже эти особые свойства материала, которые, как часто утверждают, имитируют характеристики костного внеклеточного и кальцифицированного матрикса и, таким образом, являются «биомиметическими», позволяют индуцировать рост кости. Интересно, что во многих публикациях, включая исследования *in vitro* и анализы *in vivo* эктопических тканей, таких как подкожная соединительная ткань, описываются остеоиндуктивные свойства специально разработанных синтетических материалов для замещения костной ткани. Однако предполагаемые остеоиндуктивные свойства таких материалов никогда не были выявлены в клинических исследованиях, что указывает на то, что такая концепция все еще не выдерживает критики.

Вторая группа концепций включает добавление различных биологически активных агентов, таких как коллаген, гиалуроновая кислота или остеоиндуктивные молекулы, такие как члены семейства костных морфогенетических белков. В этом контексте было показано, что комбинация синтетических заменителей кости с белками внеклеточного матрикса, такими как коллаген, приводит к различным регенеративным результатам. С одной стороны, добавление полимера может позволить улучшить интеграцию кости, в то время как другие результаты показывают значительно более низкие скорости роста кости для такой композиции материала по сравнению с одним материалом для замещения костной ткани. В случае добавления молекул, таких как BMP, были решены и другие проблемы, хотя различные исследования показали их исключительные регенеративные свойства. Это является следствием того факта, что лежащие в основе регенеративные механизмы BMP еще не изучены, а возможные побочные эффекты малоизвестны, особенно потому, что такие молекулы обычно вводятся в нефизиологических дозах (в тысячи или миллионы раз превышающие количество, обычно обнаруживаемое в организме). Кроме того, такие молекулы по-прежнему очень дороги, хотя также доступны в виде рекомбинантных белков по сравнению с другими материалами, заменяющими кости. Кроме того, эффект иммобилизованного фактора роста также зависит от количества, высвобождаемого в течение определенного периода времени. Следовательно, существенную роль играют такие свойства материала, как пористость.

Еще одна группа концепций тканевой инженерии включает добавление различных типов клеток в материалы, заменяющие костную ткань. Чаще всего для таких комбинаций материала и клеток используются остеобласты и их клетки-предшественники, исходя из того факта, что этот тип клеток в основном участвует в регенерации кости путем отложения органического внеклеточного матрикса и его последующей минерализации. В этом контексте мезенхимальные стволовые клетки также представляют особый интерес, поскольку этот тип клеток представляет собой самый ранний клеточный этап дифференцировки остеобластов. Кроме того, были исследованы добавки других типов клеток, которые прямо или косвенно поддерживают процесс роста костей. Например, влияние различных типов эндотелиальных клеток, таких как эндотелиальные клетки микрососудов кожи человека (HDMES) в моно- или совместном культивировании с материалами, заменяющими костную ткань, было проанализировано для обеспечения быстрой и достаточной васкуляризации, которая является важным фактором для костной ткани. регенерация тканей. Кроме того, клетки крови или «воспалительные» клетки, такие как типы клеток линии моноцитов / макрофагов, использовались для повышения регенеративных свойств костных заменителей. Эта концепция основана на предположении, что такие типы клеток экспрессируют разные

молекулы, которые участвуют в заживлении (костной) ткани и могут вызывать или, по крайней мере, увеличивать процесс регенерации кости. В этом контексте широкий спектр каркасов, объединяющих различные клетки крови, например, богатую тромбоцитами плазма (PRP) или богатый тромбоцитами фибрин (PRF), полученные простым центрифугированием из свежей венозной крови, также были предложены для увеличения или даже вызывают регенерацию кости. Предположение таких концепций состоит в том, что как полученные клетки, так и, более того, факторы роста, присутствующие в крови, должны стимулировать регенерацию (костной) ткани. Однако все эти концепции тканевой инженерии не нашли своего применения в клинической практике, поскольку они либо неприменимы в острых хирургических ситуациях из-за длительных периодов времени, необходимых для выделения клеток и совместного культивирования с заменителем кости, либо их клиническая эффективность снизилась.

Еще одна концепция - это применение или сочетание различных металлов или ионов металлов с материалами, заменяющими костную ткань, в области регенерации костей. Ионы разных металлов являются важными компонентами разных тканей, например, фосфаты кальция для внеклеточного кальцифицированного костного матрикса или интегральный компонент клеток или белков, которые регулируют важные клеточные процессы, включая пролиферацию и дифференцировку. Вместе ионы различных металлов играют функциональную роль в физиологической клеточной среде, а также в процессе заживления костей.

Таким образом, применение ионов металлов в сочетании с синтетическими материалами на основе фосфатов кальция для восстановления костной ткани представляет особый интерес для регенеративной медицины. Представляет интерес проведение исследований как в широком спектре видов металлов, так и в широком спектре концентраций.

Целью работы было исследование влияния допирования ионами  $Fe^{3+}$  и  $Mn^{2+}$  на состав и свойства низкотемпературных фосфатов кальция, и разработка композиционных гидрогелей на их основе.

Для достижения указанной цели в работе решались следующие основные задачи:

- Разработка метода получения низкотемпературных фосфатов кальция, допированных катионами железа и марганца, методами осаждения из растворов и гидролиза в водных растворах.
- Исследование фазового состава, микроструктуры и физико-химических свойств полученных фосфатов кальция
- Разработка и изучение композиционных гидрогелей на основе альгината и полученных фосфатов кальция

## Основная часть

### 1. Материалы и методы

В работе использовали следующие реагенты: нитрат кальция тетрагидрат  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  марки «хч», гидрофосфат аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$  марки «хч», натрий уксуснокислый  $\text{CH}_3\text{COONa}$  марки «хч», нитрат железа(III) нонагидрат  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  марки «хч», хлорид марганца тетрагидрат  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  марки «хч», альгинат натрия марки «хч».

Рентгенофазовый анализ проводили на настольном дифрактометре Дифрей 401. Идентификацию фаз осуществляли по картотеке JCPDS.

Исследование микроструктуры материалов и энергодисперсионный микроанализ проводили на сканирующем электронном микроскопе TESCAN VEGA II с приставкой энергодисперсионного микроанализа INCA ENERGY.

Синтез металл-допированного дикальцийфосфат дигидрата (Me-ДКФД) проводили методом химического осаждения из растворов солей.

Концентрация катионов  $\text{Fe}^{3+}/\text{Mn}^{2+}$  составляла: 0,01 масс. %; 0,1 масс. %; 1 масс. %; 5 масс. %; 10 масс. %; 15 масс. %.

Получение металл-допированного октакальций фосфата (Me-ОКФ) проводили методом гидролиза ранее полученных порошков Me-ДКФД

## 2. Результаты и их обсуждение

### 2.1 Металл-допированный дикальцийфосфат дигидрат

Результаты рентгенофазового анализа порошков Fe-ДКФД (рис. 1) показывают, что во всем интервале концентраций железа фазовый состав соответствует моноклинной модификации дикальцийфосфат дигидрата (JCPDS №01-072-0713).

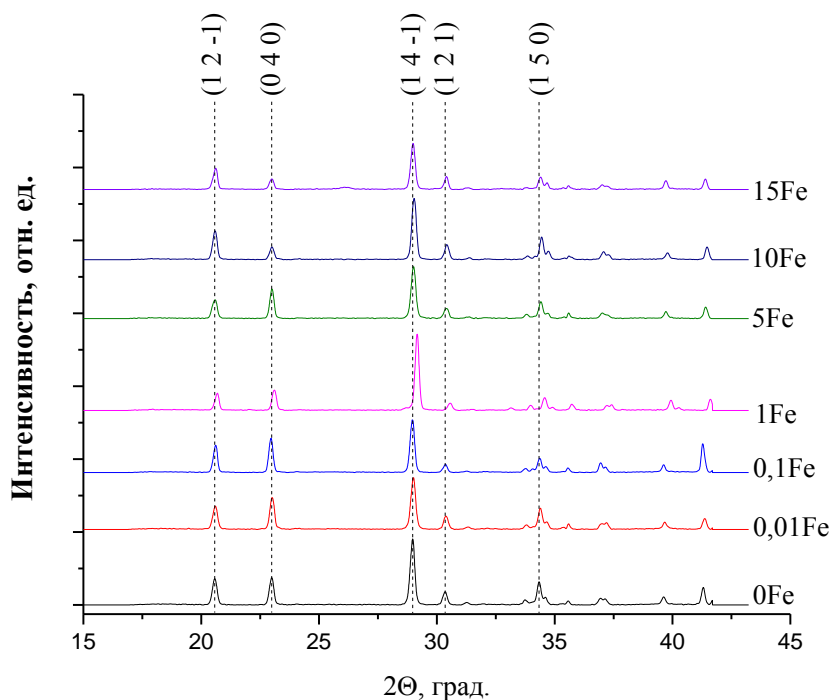


Рис. 1. Рентгенограмма железо-допированного ДКФД.

На рисунке 2 представлены микрофотографии железо-замещенного ДКФД. Частицы исходного ДКФД имеют пластинчатый вид (рис. 2а). Размер частиц составляет от 20 мкм до 50 мкм в ширину, от 25 до 100 мкм в длину и 1-3 мкм в толщину. При введении 0,01 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$  происходит уменьшение размера частиц ДКФД (рис. 2б). Ширина пластинок уменьшается до 10-20 мкм, а длина уменьшается до 20-30 мкм, по сравнению с чистым ДКФД.

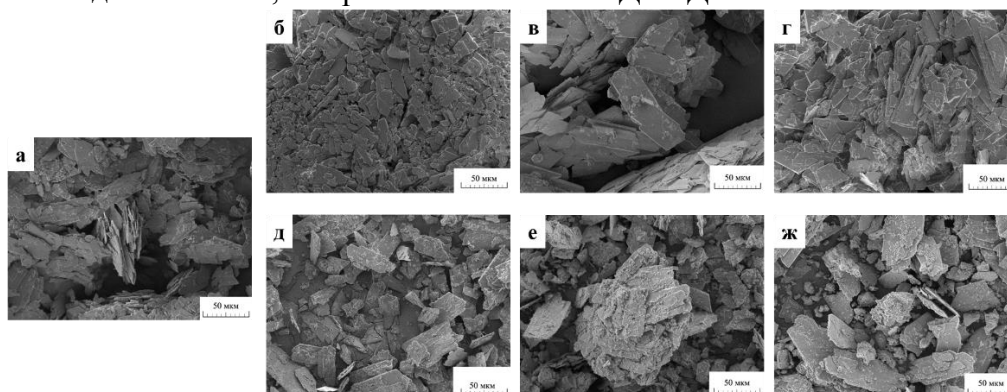


Рис. 2. Микрофотографии железо-замещенного ДКФД: а – 0 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; б – 0,01 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; в – 0,1 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; г – 1 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; д – 5 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; е – 10 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; ж – 15 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ .

При увеличении концентрации катионов железа до 0,1 масс. % происходит увеличение размеров частиц до 50 мкм в ширину и 100 мкм в длину (рис. 2в), что сопоставимо с размерами частиц ДКФД, не содержащему катионы железа. При

введении 1 масс. % катионов железа размеры частиц сохраняются и составляют до 50 мкм в ширину, до 100 мкм в длину и 1-3 мкм в толщину (рис. 2г). Введение 5 масс. % железа приводит к уменьшению размера частиц ДКФД (рис. 2д), ширина частиц составляет 10-20 мкм, длина составляет 20-30 мкм, а толщина 1-3 мкм. Увеличение концентрации катионов железа до 10 масс. % не оказывает влияния на размер частиц, по сравнению с 5 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$  и размеры частиц составляют до 20 мкм в ширину, до 30 мкм в длину и 1-3 мкм в толщину (рис. 2е). Использование 15 масс. % железа приводит к незначительному росту размеров частиц ДКФД до 30 мкм в ширину и 50 мкм в длину (рис. 2ж).

Отсюда можно сделать вывод, что введение катионов железа в состав ДКФД не оказывает влияния на фазовый состав порошка, но приводит к изменению размеров частиц, без изменения формы.

Результаты рентгенофазового анализа порошков Mn-ДКФД (рис. 3) показывают, что во всем интервале концентраций железа фазовый состав соответствует моноклинной модификации дикальцийфосфат дигидрата (JCPDS №01-072-0713).

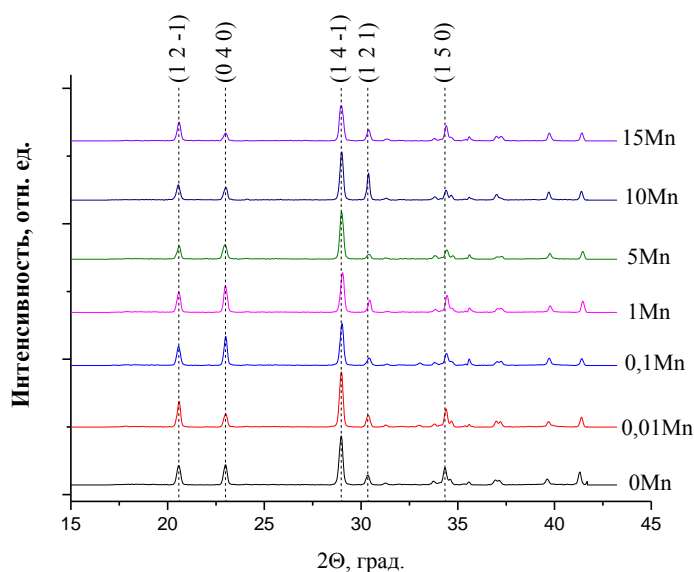


Рис. 3. Рентгенограмма марганец-допированного ДКФД.

На рисунке 4 представлены микрофотографии марганец-допированного ДКФД. Частицы исходного ДКФД имеют пластинчатый вид (рис. 4а). Размер частиц составляет от 20 мкм до 50 мкм в ширину, от 25 до 100 мкм в длину и 1-3 мкм в толщину. При введении 0,01 масс. % марганца размер частиц составляет 20-30 мкм в ширину, до 100 мкм в длину и 1-3 мкм в толщину (рис. 4б). Увеличение концентрации катионов  $\text{Mn}^{2+}$  до 0,1 масс. % приводит к незначительному уменьшению размеров частиц ДКФД до 20 мкм в ширину и 30-40 мкм в длину (рис. 4в). При введении 1 масс. % марганца наблюдается так же незначительное уменьшение размера частиц ДКФД до 20 мкм в ширину и до 40 мкм в длину (рис. 4г). Увеличение концентрации марганца до 5 масс. % приводит к образованию двойников прорастания, размер пластинок при этом составляет до 30 мкм в ширину и до 50 мкм в длину (рис. 4д).



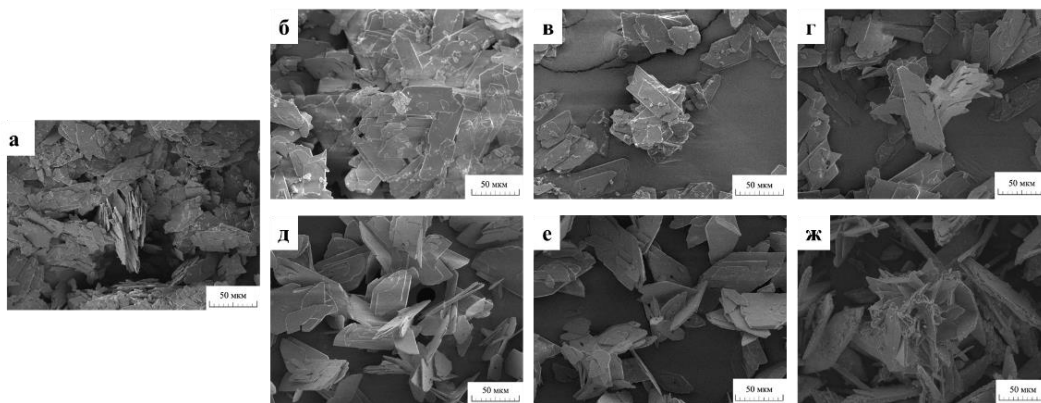


Рис. 4. Микрофотографии марганец-замещенного ДКФД: а – 0 масс. %  $Mn^{2+}$ ; б – 0,01 масс. %  $Mn^{2+}$ ; в – 0,1 масс. %  $Mn^{2+}$ ; г – 1 масс. %  $Mn^{2+}$ ; д – 5 масс. %  $Mn^{2+}$ ; е – 10 масс. %  $Mn^{2+}$ ; ж – 15 масс. %  $Mn^{2+}$ .

При концентрации марганца, равной 10 масс. % также наблюдается образование двойников прорастания, кроме того частицы приобретают более ромбическую форму, по сравнению с прямоугольными кристаллами чистого ДКФД (рис. 4е). Размер частиц ДКФД составляет до 30 мкм в ширину и до 50 мкм в длину. Увеличение концентрации марганца до 15 масс. % приводит к уменьшению ширины частиц ДКФД до 15-20 мкм, а длина составляет до 50 мкм (рис. 4ж). Так же наблюдается образование двойников прорастания, и ромбическая форма частиц.

Отсюда можно сделать вывод, что введение в состав ДКФД катионов марганца не оказывает влияния на фазовый состав порошка. При использовании марганца концентрацией выше 5 масс. % приводит к уменьшению размера частиц, образованию двойников прорастания и изменению формы частиц с прямоугольной на ромбическую.

## 2.2 Металл-допированный октакальций фосфат

Рентгенофазовый анализ продуктов гидролиза железо-допированного ДКФД показывает, что фазовый состав соответствует триклинной модификации октакальциевого фосфата (ОКФ, JCPDS № 00-026-1056) во всем диапазоне концентрации железа (рис. 5).

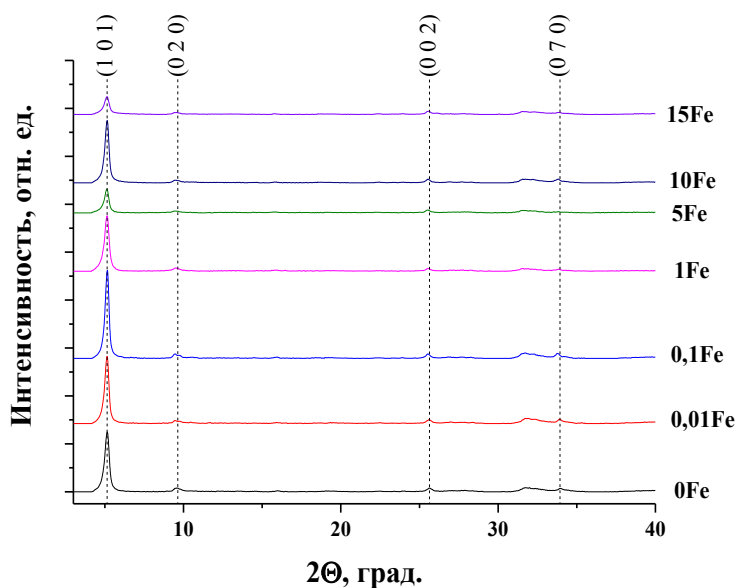


Рис. 5. Рентгенограмма железо-допированного ОКФ.

Согласно результатам энергодисперсионного анализа (таблица 1), концентрация железа после гидролиза Fe-ДКФД в ОКФ линейно увеличивается.

При теоретических значениях концентрации железа равных 0,01 масс. % и 0,1 масс. % практические значения концентрации равны 0. При увеличении расчетной концентрации до 1 масс. % результаты ЭДА показывают содержание железа в количестве 0,43 масс. %. При значении теоретической концентрации равной 5 масс. % экспериментальное значение концентрации равно 2,7 масс. %. Увеличение концентрации железа до 10 масс. % и 15 масс. % приводит к росту практической концентрации  $\text{Fe}^{3+}$  до 5,3 масс. % и 8,1 масс. % соответственно.

Таблица 1. Результаты ЭДА Fe-ОКФ

Название образца	Теоретическая концентрация $\text{Fe}^{3+}$ , масс. %	Практическая концентрация $\text{Fe}^{3+}$ , масс. %
0,01Fe	0,01	0
0,1Fe	0,1	0
1Fe	1	0,43
5Fe	5	2,71
10Fe	10	5,3
15Fe	15	8,1

Данные ИК спектроскопии железо-допированного ОКФ представлены на рисунке 6. На спектрах присутствуют характерные для ОКФ полосы при  $1295\text{ см}^{-1}$ , соответствующей группе  $\text{HPO}_4$  и  $\nu_1$ - и  $\nu_3$ -моды групп  $\text{PO}_4$  при  $960$  и  $1029\text{ см}^{-1}$ . Так же присутствуют полосы, отнесенные к колебаниям фосфатных групп в области  $566\text{ см}^{-1}$  и  $598\text{ см}^{-1}$ .

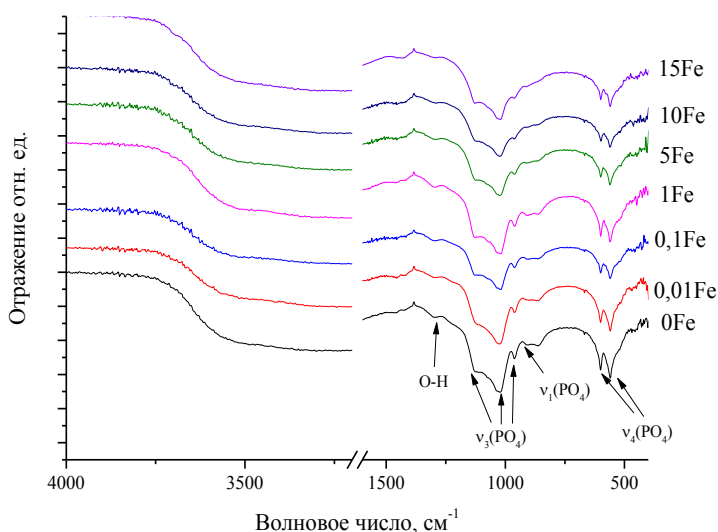


Рис. 6. ИК спектры железо-допированного ОКФ

На рисунке 7 представлены микрофотографии железо-допированного ОКФ (Fe-ОКФ). Чистый ОКФ, без введения железа состоит из пластинок размерами до 5 мкм и толщиной до 1 мкм (рис. 7а). При введении 0,01 масс. % железа материал сохраняет пластинчатую структуру с размерами пластинок до 5 мкм и толщиной 1 мкм (рис. 7б).

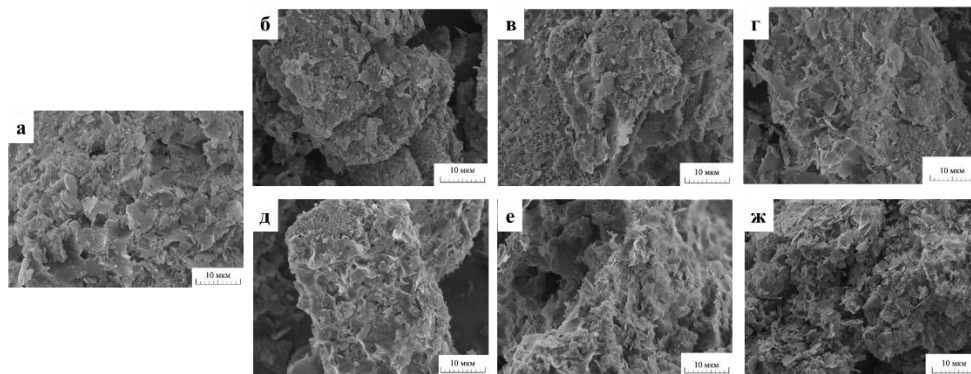


Рис. 7. Микрофотографии железо-замещенного ОКФ: а – 0 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; б – 0,01 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; в – 0,1 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; г – 1 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; д – 5 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; е – 10 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ ; ж – 15 масс. %  $\text{Fe}^{3+}$ .

Введение железа в количестве 0,1 масс. %; 1 масс. %, 5 масс. % и 10 масс. % так же не оказывает существенного влияния на форму и размер частиц (рис. 7в-е). Материал состоит из пластинок размерами до 5 мкм и толщиной до 1 мкм. Увеличение концентрации железа до 15 масс. % приводит к уменьшению размера пластинок до 2-3 мкм (рис. 7ж).

Из всего вышеперечисленного можно сделать вывод о том, что железо не оказывает существенного влияния на процесс гидролиза ДКФД в ОКФ. Фазовый состав и микроструктура остаются неизменными во всем диапазоне концентраций железа, а экспериментальное значение содержания железа линейно растет с повышением концентрации, и практически в 2 раза отличается от теоретического.

Рентгенофазовый анализ марганец-допированного ОКФ (Mn-ОКФ) показывает, что в интервале концентраций марганца от 0,01 масс. % до 10 масс. % продукты гидролиза соответствует триклинной модификации октакальциевого фосфата (JCPDS № 00-026-1056). При концентрации марганца равной 15 масс. % ДКФД не полностью гидролизуется и кроме фазы ОКФ присутствует фаза моноклинной модификации дикальцийфосфат дигидрата (JCPDS №01-072-0713) (рис. 8).

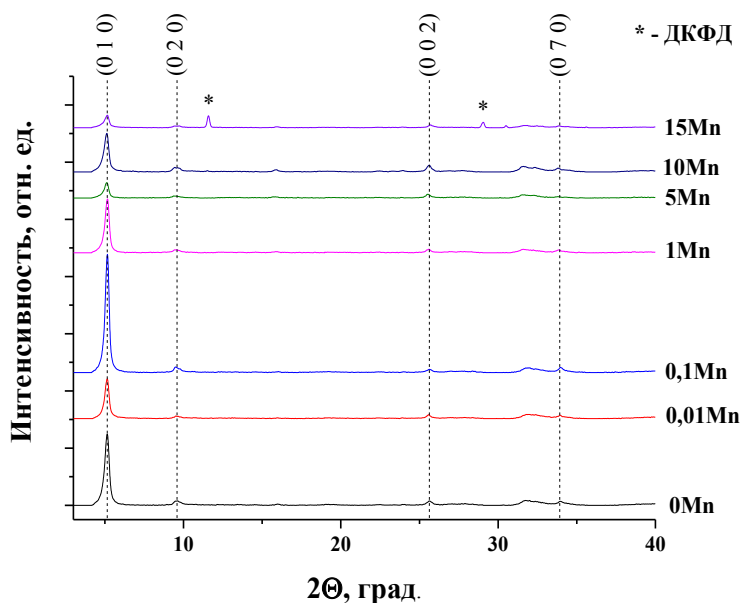


Рис. 8. Рентгенограмма марганец-допированного ОКФ.

Согласно результатам энергодисперсионного анализа (таблица 2), концентрация марганца после гидролиза Mn-ДКФД в ОКФ линейно увеличивается.

При теоретических значениях концентрации марганца равных 0,01 масс. %, 0,1 масс. % и 1 масс. % практические значения концентрации равны 0. При увеличении расчетной концентрации до 5 масс. % результаты ЭДА показывают содержание марганца в количестве 0,36 масс. %. При значении теоретической концентрации равной 10 масс. % экспериментальное значение концентрации равно 0,65 масс. %. Увеличение концентрации марганца до 15 масс. % приводит к росту практической концентрации  $Mn^{2+}$  до 0,97 масс. %

Таблица 1. Результаты ЭДА Fe-ОКФ

Название образца	Теоретическая концентрация $Mn^{2+}$ , масс. %	Практическая концентрация $Mn^{2+}$ , масс. %
0,01Mn	0,01	0
0,1Mn	0,1	0
1Mn	1	0
5Mn	5	0,36
10Mn	10	0,65
15Mn	15	0,97

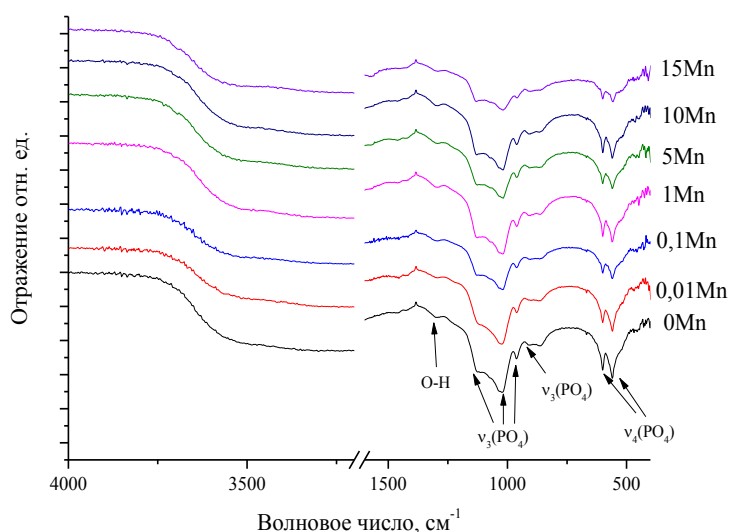


Рис. 9 ИК спектры марганец-допированного ОКФ.

Данные ИК спектроскопии марганец-допированного ОКФ представлены на рисунке 9. На спектрах присутствуют характерные для ОКФ полосы при  $1295\text{ см}^{-1}$ , соответствующей группе  $HPO_4$  и  $\nu_1$ - и  $\nu_3$ -моды групп  $PO_4$  при  $960$  и  $1029\text{ см}^{-1}$ . Так же присутствуют полосы, отнесенные к колебаниям фосфатных групп в области  $566\text{ см}^{-1}$  и  $598\text{ см}^{-1}$ .

На рисунке 10 представлены микрофотографии Mn-ОКФ. Чистый ОКФ, без введения марганца состоит из пластинок размерами до  $5\text{ мкм}$  и толщиной до  $1\text{ мкм}$  (рис. 10а). Введение марганца в состав ОКФ не оказывает существенного влияния на микроструктуру материала во всем диапазоне концентраций (рисю 10б-ж). Материал состоит из пластинок размерами до  $5\text{ мкм}$  и толщиной до  $1\text{ мкм}$ .

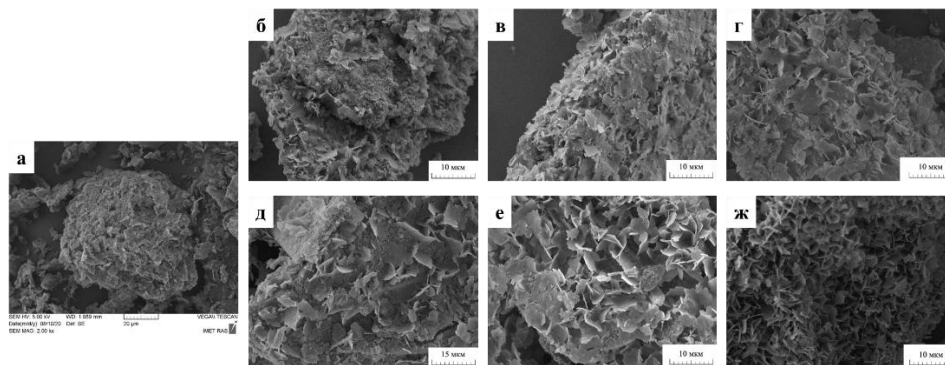


Рис. 10. Микрофотографии марганец-замещенного ДКФД: а – 0 масс. %  $Mn^{2+}$ ; б – 0,01 масс. %  $Mn^{2+}$ ; в – 0,1 масс. %  $Mn^{2+}$ ; г – 1 масс. %  $Mn^{2+}$ ; д – 5 масс. %  $Mn^{2+}$ ; е – 10 масс. %  $Mn^{2+}$ ; ж – 15 масс. %  $Mn^{2+}$ .

Отсюда можно сделать вывод, что введение марганца не оказывает влияния на процесс гидролиза ДКФД вплоть до концентрации 10 масс. %. Использование концентрации выше 10 масс. % приводит к частичному ингибированию процесса гидролиза, и в следствии, неполному фазовому переходу ДКФД в ОКФ. Экспериментальное значение концентраций марганца в образцах сильно отличается от расчетного и составляет 0,36 масс. %, 0,65 масс. % и 0,97 масс. % для 5Mn, 10Mn, 15Mn соответственно.

## Заключение

Было изучено состояние проблемы в данном научном секторе по информационным источникам и подготовлен аналитический обзор. В соответствии с данными научной литературы, разработка материалов, обладающих повышенным регенеративным потенциалом, предназначенных для восстановления поврежденной костной ткани является активно развивающейся областью науки. Одним из перспективных методов создания материалов для восстановления костной ткани, обладающих повышенным регенеративным потенциалом является совмещение синтетических материалов на основе фосфатов кальция с различными катионами металлов.

В план экспериментальных исследований входила разработка метода получения металлсодержащих низкотемпературных фосфатов кальция и изучение влияния катионов железа и марганца на свойства получаемых материалов.

Было показано, что введение катионов железа и марганца в процессе синтеза дикальцийфосфат дигидрата не оказывают влияния на фазовый состав конечного продукта. Однако наблюдается изменение морфологии частиц ДКФД. В случае использования железа наблюдается уменьшение размеров частиц ДКФД при увеличении концентрации катионов  $Fe^{3+}$ . При допировании ДКФД катионами марганца происходит уменьшение размеров частиц ДКФД, образование двойников прорастания и изменение формы частиц с прямоугольной на ромбическую.

Исследовано влияние допирования катионами железа и марганца порошка ДКФД на процесс гидролиза ДКФД в октакальций фосфат. Установлено, что катионы железа не оказывают влияния на фазовый состав и морфологию продуктов гидролиза ДКФД. Полученный порошок по фазовому составу и морфологии соответствует ОКФ. Результаты ЭДА показывают, что экспериментальная концентрация железа в ОКФ линейно растет с повышением теоретического значения, но меньше него практически в 2 раза.

Допирование марганцем приводит к частичному ингибированию процесса гидролиза ДКФД в ОКФ при концентрации марганца более 10 масс. %. Однако введение марганца не оказывает существенного влияния на морфологию частиц ОКФ. Практическое значение концентрации марганца сильно отличается от теоретического, из чего можно сделать вывод, что большая часть марганца остается в маточном растворе в процессе гидролиза.

## Апробация работы

Материалы научной квалификационной работы были представлены на следующих конференциях: XIII Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов" Москва. 2016; XIV Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов" Москва. 2017; Всероссийское совещание «Биоматериалы в медицине» Москва. 2017; Третий междисциплинарный молодежный научный форум с международным участием «Новые материалы»; International conference TISSUE REGENERATION: ADVANCED CERAMICS AND COMPOSITES" Италия. 2017; XV Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов "Физико-химия и технология неорганических материалов" Москва. 2018; XVI Российская ежегодная конференция молодых научных сотрудников и аспирантов «Физико-химия и технология неорганических материалов». Москва. 2019.

## Публикации

По результатам проведенных исследований опубликовано 7 работ, в том числе 5 публикаций в изданиях, включенных в перечень ВАК.