

© КОЛЛЕКТИВ АВТОРОВ, 2013

УДК 616.314.14-003.84-073.75-073.584

И.М. Макеева¹, Н.О. Бессуднова², С.Б. Вениг², В.С. Аткин²

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДОВ РЕНТГЕНСПЕКТРАЛЬНОГО МИКРОАНАЛИЗА ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ХИМИЧЕСКОГО СОСТАВА КРИСТАЛЛОВ НА ПОВЕРХНОСТИ ДЕНТИНА

¹ГБОУ ВПО Первый МГМУ им. И.М.Сеченова; ²ФГБОУ ВПО НИУ Саратовский государственный университет им. Н.Г. Чернышевского

Методами рентгеноспектрального анализа определен химический элементный состав кристаллоподобных образований, обнаруженных на поверхности дентина, протравленного гелем ортофосфорной кислоты и выдержанного в растворе этанола. Показано, что основными элементами, формирующими исследуемые образования, являются кальций, фосфор и кислород. Это позволяет идентифицировать их как кальций-фосфатные соединения.

Ключевые слова: дентин, кристаллы фосфата кальция, рентгеноспектральный анализ, сканирующая электронная микроскопия

ENERGY DISPERSIVE X-RAY ANALYSIS IN IDENTIFICATION OF CRYSTAL FORMATIONS ON DENTINE SURFACE

Makeeva I.M.¹, Bessudnova N.O.², Venig S.B.², Atkin V.S.²

Chemical element compositions of crystal-like formations observed on the etched dentine surface have been researched based on the EDX analysis. It has been shown that the basic elements formed the crystal formations are calcium, phosphorus and oxygen, which has made it possible to identify the crystals as calcium-phosphate combinations.

Key words: dentine, calcium-phosphate crystals, energy dispersive x-ray analysis, scanning electron microscopy

Введение

Общеизвестно, что в материаловедении для определения кристаллической структуры и химического состава соединений применяется рентгеноструктурный и рентгеноспектральный анализ вещества [3–6]. В настоящем исследовании для идентификации кристаллоподобных образований, обнаруженных на поверхности дентина, проводился рентгеноспектральный микроанализ, целью которого было определение основных химических элементов, входящих в состав изучаемых структур.

Материалы и методы

Исследование химического элементного состава кристаллоподобных образований на поверхности дентина выполнялось с применением системы энергодисперсионного анализа EDX INCA ENERGY 350, "Oxford Instruments", входящей в состав аналитического комплекса на базе растрового электронного микроскопа высокого разрешения SEM Mira\LMU фирмы "TESCAN".

Основным методом рентгеноспектрального микроанализа является регистрация характеристического рентгеновского излучения, возникающего в результате взаимодействия падающего электронного пучка с поверхностью образца.

Морфология и химический состав кристаллических структур

Для участка поверхности дентина с обнаруженными на ней кристаллами представлена морфология и карты распределения основных химических элементов (рис. 1 на вклейке). Плотность распределения пикселей на рис. 1, б–е соответствует распределению кальция, фосфора, кислорода, углерода и кремния в образце.

Анализируя карты распределения химических элементов, представленные на рис. 1, можно сделать вывод, что основными элементами, формирующими кристалл, являются кальций, фосфор и кислород.

Для сравнительного анализа химического состава кристалла и дентинной матрицы были выбраны 4 области, как показано на рис. 2 (на вклейке) в каждой из которых прово-

дили рентгеноспектральный анализ вещества. Области 1 и 2 были выбраны на поверхностях кристаллов, области 3, 4 – на подложке из дентина.

На рис. 3 представлены весовое и атомное процентное содержание химических элементов на участках, отмеченных на рис. 2.

Заметим, что в исследуемых образованиях (области 1, 2) отмечается значительное содержание кислорода и высокое по сравнению с подложкой (области 3, 4) содержание кальция и фосфора, что позволяет классифицировать кристалл как кальций-фосфатное соединение. Повышенное содержание углерода в областях 3, 4 указывает на органическую природу дентинной подложки, а его отсутствие в областях 1, 2 является дополнительным доказательством того, что информация о составе образований не включает данные о составе подложки.

Следует отметить, что эти данные убедительно подтверждают независимость состава от предварительной химической обработки образцов. Таким образом, рост наблюдаемых структур происходит путем конечного перераспределения материала дентина.

В настоящей работе для идентификации кристаллов использовался общеизвестный характеристический параметр ортофосфатов кальция, применяемый в стоматологии, – кальций-фосфорное соотношение.

В трехкомпонентной системе $\text{Ca}(\text{OH})_2\text{-H}_3\text{PO}_4\text{-H}_2\text{O}$ существуют 11 неионозамещенных ортофосфатов с ионным отношением кальция к фосфору от 0,5 до 2,0 [1]. Например, для гидроксиапатита кальция $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$ отношение кальция к фосфору в объеме материала равно 1,67. Кальций-дефицитным апатитам $\text{Ca}_{10-x}(\text{HPO}_4)_x(\text{PO}_4)_{6-x}(\text{OH})_{2-x}$, ($0 < x < 1$) соответствует пониженное кальций-фосфорное соотношение $1,5 < \text{Ca/P} < 1,67$ [1, 2]. Экспериментально полученные значения отношения Ca/P в атомных процентах близки к единице в наблюдаемых образованиях, что соответствует дикальцийфосфатдигидрату (ДКФД) или минералу брушиту $\text{CaHPO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

Заключение

Применение методов рентгеноспектрального анализа позволило определить химический состав образований, ко-

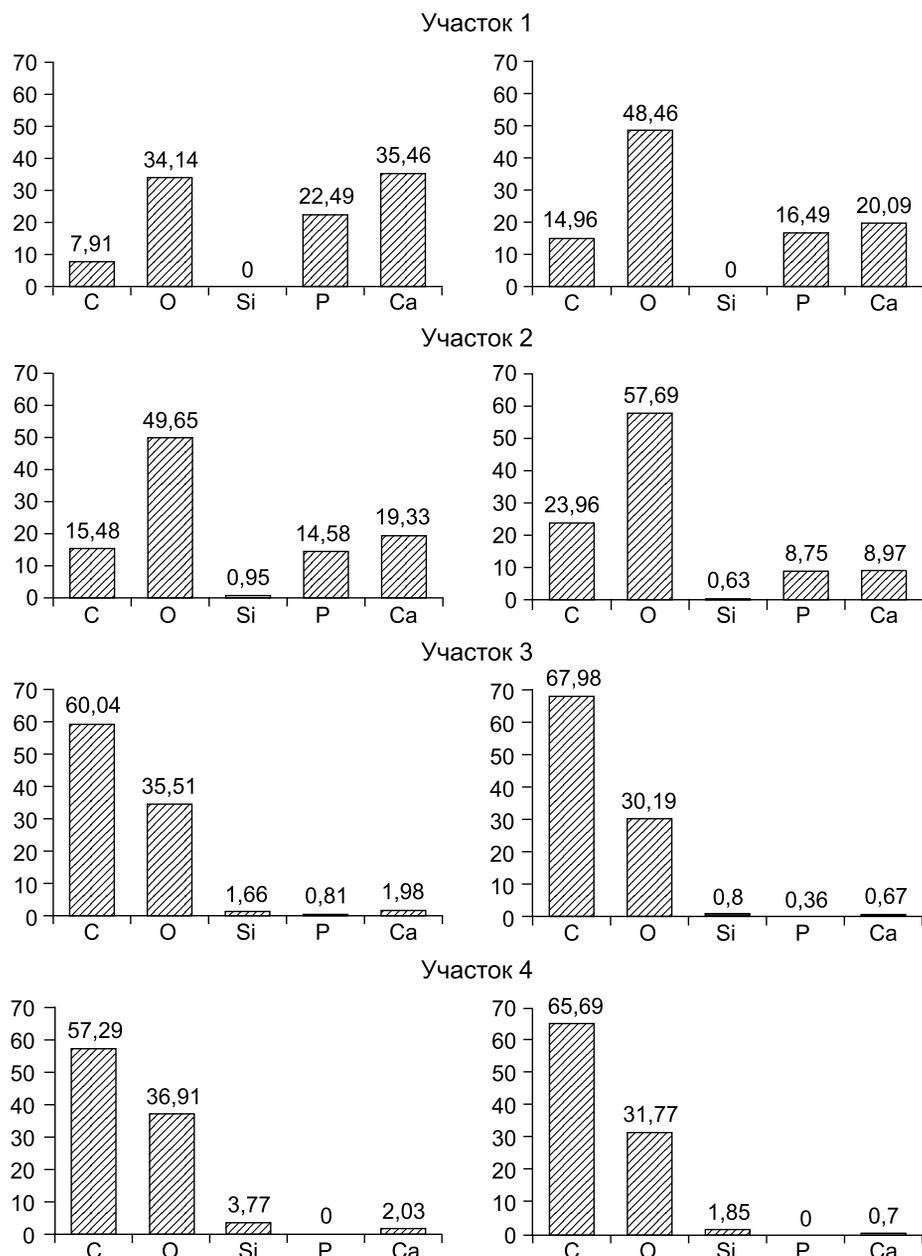


Рис. 3. Диаграммы распределения химических элементов в весовых (слева) и атомных (справа) процентах. 1, 2 – элементы кристалла, 3, 4 – элементы подложки.

торые представляют собой кальций-фосфатные соединения. Показано, что состав кристаллов не зависит от предварительной химической обработки поверхности дентина. Экспериментально полученные значения кальций-фосфорного соотношения в исследованных образованиях близки к таковым минерала брусита.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Elliot J.C.* Structure and chemistry of the apatites and other calcium orthophosphates. Amsterdam: Elsevier; 1994.
2. *Hutchens S.A., Benson R.S., Evans B.R.* et al. Biomimetic synthesis of calcium-deficient hydroxyapatite in a natural hydrogel. *Biomaterials.* 2006; 26: 4661–70.

3. *Marshall G.W. Jr, Marshall S.J.* X-ray diffraction and SEM/EDS analyses of phases in new dental amalgams. *J. Oral rehabil.* 1981; 8(1): 43–53; doi: 10.1111/j.1365-2842.1981.tb00474.x
4. *Patterson J.R., Kudryavtsev A., Vohra Y.K.* X-ray diffraction and nanoindentation studies of nanocrystalline graphite at high pressures. *Appl. Phys. Lett.* 2002; 81: 2073–5.
5. *Saini M., Chandra S., Singh Y.* et al. X-Ray diffraction and scanning electron microscopy-energy dispersive spectroscopic analysis of ceramometal interface at different firing temperatures. *Contemp. Clin. Dent.* 2010; 1(3): 152–7; doi: 10.4103/0976-237X.72781
6. *Wang Y., Panzik J.E., Kiefer B., Lee K.K.M.* Crystal structure of graphite under room-temperature compression and decompression. *Scient. Rep.* 2. 2012; article 520; doi:10.1038/srep00520

Поступила 18.11.12