可控多孔生物陶瓷浆料制备工艺对成品的影响

曾垂省[1] 梁亦龙[1] 陈晓明[2] 闫玉华[2]

（1 重庆邮电学院生物信息学院 重庆 400065；2 武汉理工大学生物中心 武汉 430070）

摘要：在可控多孔生物陶瓷制备技术中，浆料制备工艺对成品有着重要的影响。为了得到这具体影响，特对它研究和探讨。研究结果表明，有机泡沫微球是否预处理，加料顺序，浆料的流动性对成品有着重要的影响。

关键词：可控多孔生物陶瓷制备技术；多孔生物陶瓷；浆料制备工艺

中图分类号：R318.08 **文献标识码**：B

Influence of Preparation Technology of Slurry of Controllable Porous Bioceramics on Finished Products

ZENG Chui-sheng[1], LIAN Yi-long[1], CHEN Xiao-ming[2], YAN Yu-hua[2]

(1. College of Bio-Infomation, Chongqing University of Post & Telecommunication. Chongqing. 400065

2. Biomedical Materials and Engineering Center, Wuhan University of Technology. Wuhan. 430070)

ABSTRACT: In the preparation technology of controllable porous bioceramics, the preparation technology of slurry played an important role in the finished products,which was specially studied and discussed in this paper. The results showed whether the micro-bubbles in the organic foam had been pretreated or not, including the order of adding material and the fluidity of slurry, would greatly influence the quality of finished products.

Key words: Preparation technology of controllable porous bioceramics; Porous bioceramics; Preparation technology of slurry

前言

本文可控多孔生物陶瓷的制备技术，是指把有机泡沫微球作为成孔剂和热压铸成型技术结合起来，用来制备多孔生物陶瓷的技术[1-2]。由于本文所述浆料是由有机泡沫微球、生物陶瓷骨料以及石蜡混合而成，具有与一般浆料不同组成和性质，目前关于该类浆料的制备及其性能研究在国内外均未见报道。浆料的性能是可控多孔生物陶瓷制备技术的重要影响因素，不仅对后续成型工艺和烧结工艺有着重要影响，而且对最终制品有着极其重要的影响。本文通过浆料制备工艺对成品的影响研究，获得浆料制备的最佳工艺条件。

1 材料和方法[1-7]

1.1 试剂与仪器

有机泡沫微球、石蜡和表面处理剂、β-TCP 粉体、生物玻璃粉体，渗透率测定仪，热压注成型机，模具。

1.2 实验方法

根据不同的工艺过程，取一定的质量比的经表面处理过的有机泡沫微球和生物陶瓷和生物玻璃粉体（质量比约为 0.1～0.5:1）与 40%～60% 的石蜡熔液（质量百分比）于 50℃～90℃ 处混合均匀，制成浆料，热压铸成型、脱蜡和烧结制得不同成品。

主要实验方法工艺如下图 1 所示：

用黏度计测定浆料的流动性，用 ASTM 测试产品强度，用 SEM 和三维显微镜观察孔道连接处和表面形貌，用 XRD 测定组成，根据 GB/T1964~1967-1996 和 GB/T1969~1970-1996，测量显气孔率、容重，用根据 GB1968—80 标准自制的水渗透率测定仪测定水渗透率。

2 结果和分析

2.1 浆料制备时加料顺序对成品的影响

2.1.1 有机泡沫微球和 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体混合均匀后加入到石蜡熔液中

实验结果：该加料顺序所制得的成品与目标成品不一致，可以说是相反的，即所得到的不是球孔，而是好像是由球堆积形成的材料，其孔结构就是球与球堆积形成的孔隙。该种成品机械强度很差，这是因为球与球之间的连接结构薄弱所致。

结果分析：形成这种结构的原因是开始有机泡沫微球中的孔道未被石蜡熔液充填，当有机泡沫微球和 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体混合均匀后加入到石蜡熔液中混合时，石蜡熔液浸润到有机泡沫微球的孔内，部分 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体混合物也随着进入有机泡沫微球的孔内，另一大部分被吸附或嵌在有机泡沫微球表面，故制成坯体烧成后变成似球与球堆积而成的固体。

2.1.2 石蜡熔液加入到混合均匀后的有机泡沫微球和 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体中

实验结果：该加料顺序所制得的成品与 2.1.1 所述情况类似，成品也似球与球堆积而成的固体，孔结构是球与球堆积形成的孔隙，机械强度很差。

结果分析：混合开始有机泡沫微球中的孔道未被石蜡熔液充填，当有机泡沫微球和 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体混合均匀时就有部分骨料粉体进入到有机泡沫微球中，并且骨料粉体混合均匀后加入石蜡熔液混合时，随着石蜡熔液浸润到有机泡沫微球孔内过程中，部分 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体混合物也随着进入有机泡沫微球的孔内，大部分 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体被吸附或嵌在有机泡沫微球表面，故制成坯体烧成后

* 基金项目：国家 "863" 高科技发展计划项目资助：2002AA36080

作者简介：曾垂省(1974-)，硕士，高级程序员（软件工程师），讲师，主要研究方向：生物医学材料、医学信号处理、医学图像处理等。E-mail：zengchuisheng@163.com

（收稿日期：2006-09-06 接受日期：2006-10-10）

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

与 2.1.1 所述情况类似变成似球与球堆积而成的固体。

2.1.3 有机泡沫微球用石蜡熔液充分浸泡后再加入混合均匀后的和 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体

实验结果：由该种加料顺序所制得的成品与目标成品一致，其宏孔结构就是有机泡沫微球烧失后形成的孔，有机泡沫微球之间接触部分烧失后形成孔道，具有很高的显气孔率、水渗透率和较强的机械强度。

结果分析：这是因为经过充分浸泡后，有机泡沫微球的孔内充满了石蜡熔液，再加入混合均匀后的 β-磷酸三钙和生物玻璃粉体时基本上就没有粉体进入到有机泡沫微球的孔内，也只有少部分粉体吸附在有机泡沫微球表面上，因而制得的成品与目标一致。另外，由于经过充分浸泡后，有机泡沫微球的密度较大程度的提高，所以形成的浆料不易分层，即有机泡沫微球不容易上浮，从而浆料的稳定性有所提高，这保证了成型时坯体的均匀性，产品孔结构的均匀性和产品的较高强度。

2.2 浆料流动性和稳定性对成品的影响

实验结果：浆料的流动性和稳定性越好，制得成品的孔结构越均匀、强度越高，产品越稳定可靠。

结果分析：浆料的流动性越好，在搅拌时不易包裹气泡，同时也利于里面的气体排出，成坯时充模性越好，浆料的稳定性越好，浆料越均匀，这样制得的成品孔结构越均匀，强度越高，产品越稳定可靠。

2.3 有机泡沫微球是否处理对成品影响

实验结果：若有机泡沫微球未先用石蜡熔液预处理，浆料的性能、流动性和稳定性均不理想，烧结过程中坯体开裂，多孔生物陶瓷的强度明显降低，多孔结构性能变差。若有机泡沫微球先用石蜡熔液预处理，浆料的性能、流动性和稳定性均有改善，所得成品质量可靠，性能稳定。

结果分析：如果有机泡沫微球不先用石蜡熔液浸润充分，一方面严重影响浆料的流动性和稳定性，另一方面在热压铸成型时，就会出现有机泡沫微球堆积的间隙内结构的桥部浆料分散不均匀。这种情况严重时会导致烧结过程中坯体开裂，不仅使多孔生物陶瓷的强度明显降低，而且使多孔生物陶瓷的多孔结构性能变差。因此，需要通过用石蜡熔液充分浸泡有机泡沫微球使它们之间的充分浸润来解决此问题。实验结果表明，有机泡沫微球用石蜡熔液充分浸泡后，浆料的性能、流动性和稳定性均有改善，所得成品性能稳定，质量可靠。

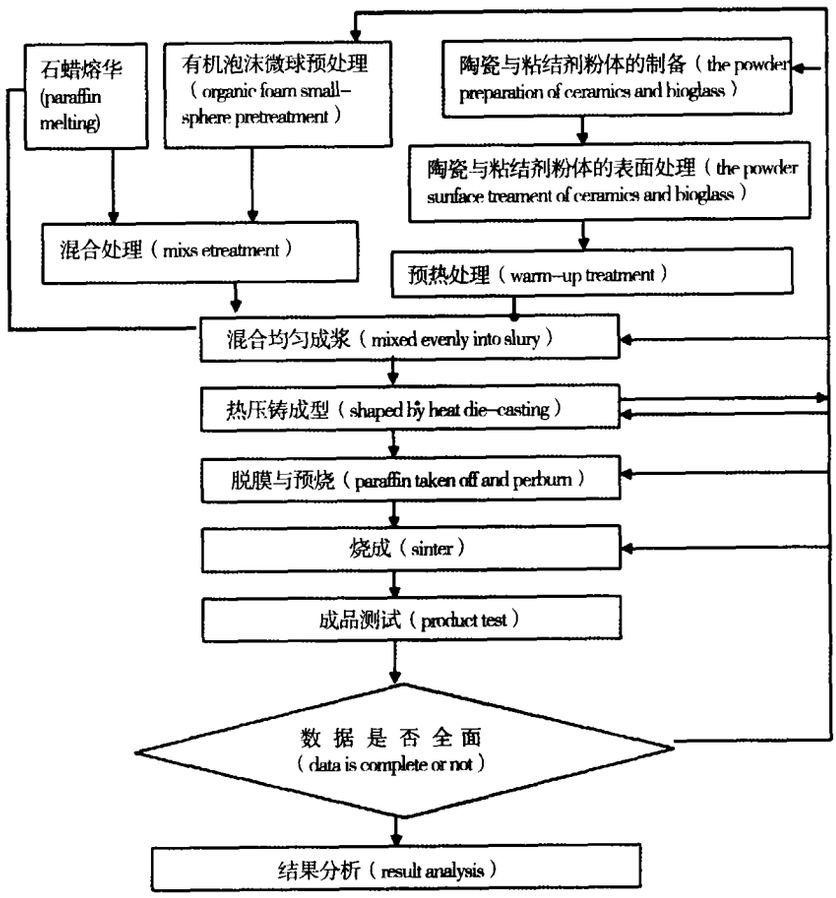

图 1 实验方法工艺图

Fig 1 The picture of experiment method and technicology

3 结论

浆料的制备工艺影响陶瓷孔成品的关键因素，研究结果表明：有机泡沫微球是否预处理，加料顺序，浆料的流动性对成品有着重要的影响；浆料的较佳工艺条件为：有机泡沫微球必须经过预先处理，有机泡沫微球与石蜡熔液充分混合均匀再加入骨料；加上少量油酸来改善浆料的流动性。

参考资料

[1] 陈晓明，曾垂省等.有机泡沫微球作为成孔剂的热压铸多孔陶瓷的制备方法[P]，中国专利：ZL03128065.X，2004-11-3

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

[2] 曾垂省.可控多孔生物陶瓷的制备及表征[D].武汉:武汉理工大学,2004.
[3] LU J X,Flautre B, Anselme K, et al. Study of porous interconnection of bioceramic on cellular rehabilitation in vitro and invivo [J]. Bioceramics,1997,10:583～586
[4] 闫玉华,许原.可降解 β-Ca3(PO4)2 陶瓷的理化性能与生物性能.武汉工业大学学报[J],1995,17(4):116～119
[5] 马文,沈卫平,董红英等.多孔陶瓷的制造工艺及进展.粉末冶金技术[J],2002,20(6):365～368
[6] 左演声.材料现代分析方法[M].北京工业大学出版社,2000
[7] 李世普.特种陶瓷工艺学[M].武汉工业大学出版社,1990

乔刚(上接第 45 页)

参考文献

[1] Fussell GW, Cooper SL. Endothelial cell adhesion on RGD-containing methacrylate terpolymers [J]. J Biomed Mater Res A, 2004,70(2): 265-73
[2] K.H. Smith1, A.B. Jozwiak1, C.M. Kielty. Surface Modification of a Polyether-urethane with RGD-containing Peptides for Enhanced Cell Attachment and Signalling [J]. European Cells and Materials, 2005: 10:57
[3] Ulrich A. Stock, Joseph P.Vacanti. TISSUE ENGINEERING: Current State and Prospects[J]. Annu Rev Med, 2001,52:443-51
[4] 左斌海,付清泉,李天全,等. 含精氨酰、甘氨酰、天冬氨酰序列短肽的合成及应用研究进展 [J]. 航天医学与医学工程, 2002,15: 152-156
[5] 武忠,万昌秀,赵强.结合 RGD 肽的聚酯材料表面黏附内皮细胞的抗剪切力研究[J].北京生物医学工程,2004,23:37-39
[6] Tze-Wen Chung, Ya-Fen Lu, Shoei-Shen Wang,et al.Growth of human endothelialcellsonphotochemicallygraftedGly Arg Gly Asp(GRGD) chitosans[J]. Biomaterials, 2002, 23:4803-4809
[7] Tze-Wen Chung, Ya-Fen Lu, Hsin-Ya Wang, et al. Growth of Human Endothelial Cells on Different Concentrations of Gly-Arg-Gly-Asp Grafted Chitosan Surface[J]. Artificial Organs, 2003,27(2):155-161
[8] Holland J, Hersh L, Bryhan M, et al. Culture of human vascular endothelial cells on an RGD-containing synthetic peptide attached to astarch-coated polystyrene surface: Comparison with fibronectin-coated tissue-grade polystyrene[J]. Biomaterials, 1996;17:2147

(图 1-图 4 请见封 3)

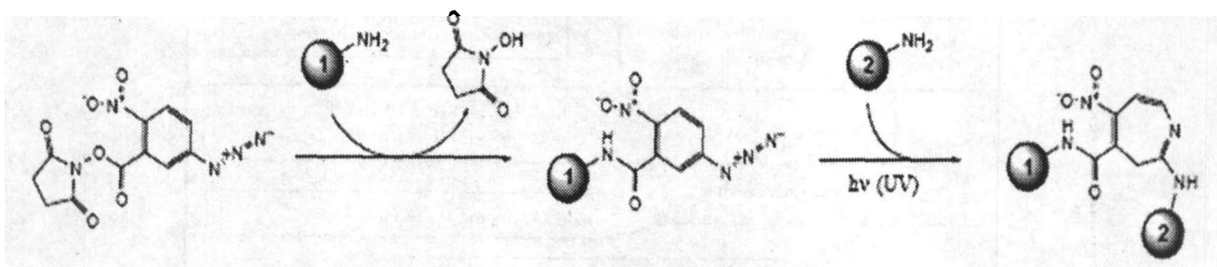

图 5 SANPAH 反应示意图

Fig 5 Conceptual diagram of SANPAH reaction

欢迎订阅 2007 年《中国组织工程研究与临床康复》(原《中国临床康复》)杂志

本刊 2007 年更名,但仍是美国《化学文摘》(CA)、荷兰《医学文摘库 / 医学文摘》(EM)、俄罗斯《文摘杂志》(ｐ ж)、波兰《哥伯尼索引》(IC)、中国科技论文统计源期刊、中国中文(临床医学类)核心期刊、《中国高影响力医学期刊论文计量报告》(第 1 版)收录期刊、中国科技核心期刊、中国科技期刊精品数据库等收录期刊。更名是为了更快的实现国际化的目标。

本刊 2005 年所发表的文章,被美国《化学文摘》单篇收录率 >50%。因此,作者在本刊发稿可有较大机会实现单篇文章被国际数据库收录的愿望,不仅体现了该篇稿件的学术价值,同时在作者晋升、评聘、课题评奖中会起到重要的作用。

2007 年本刊对发稿重点提出新的要求:为进一步提高学术质量,①在生物材料研究方面重点突出:组织工程支架材料、组织工程材料学特征及人工器官和医学植入体的材料学与人体生物相容性等问题。②在组织构建研究方面重点突出:各组织器官构建、组织工程生物活性因子、组织工程分子生物学、组织工程实验技术方法等。③在种子细胞研究方面重点突出:干细胞生物学特征、干细胞移植、干细胞因子、干细胞实验技术方法、干细胞临床应用相关基础实验。④在器官移植研究方面重点突出:大器官移植、组织移植、细胞移植,并关注异种异体移植及医学植入体植入、人工器官植入的研究进展。⑤在康复工程研究方面重点突出:康复工程理论、康复工程临床应用、生物医学工程学、生物医学电子学、生物医学光子学、生物医学成像及图像处理、计算机及脑的生物信息处理及组织器官生物力学及三维有限元分析。⑥在临床康复研究方面重点突出:康复预防、康复技术、心理康复、运动医学、康复评估、康复理论。

欢迎上述研究的英文稿件和应用中医药方法研究的相关稿件投稿。

本刊出版周期:一般稿件修回后 6 个月出版,"绿色特快通道"承诺修回稿件 3 个月内出版。

通联方式:

咨询电邮 CRTER_szb200@163.com

电　话 024-23389106 024-23384352,

传　真 024-23381085

投稿电邮 kf23385083@sina.com, kf22838105@sina.com。

国内订阅邮发代号:8-584;本社订阅:辽宁省沈阳 1200 邮政信箱　邮编:110004;12 元 / 册。更多信息详见 www.zglckf.com 。

© 1994-2013 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net