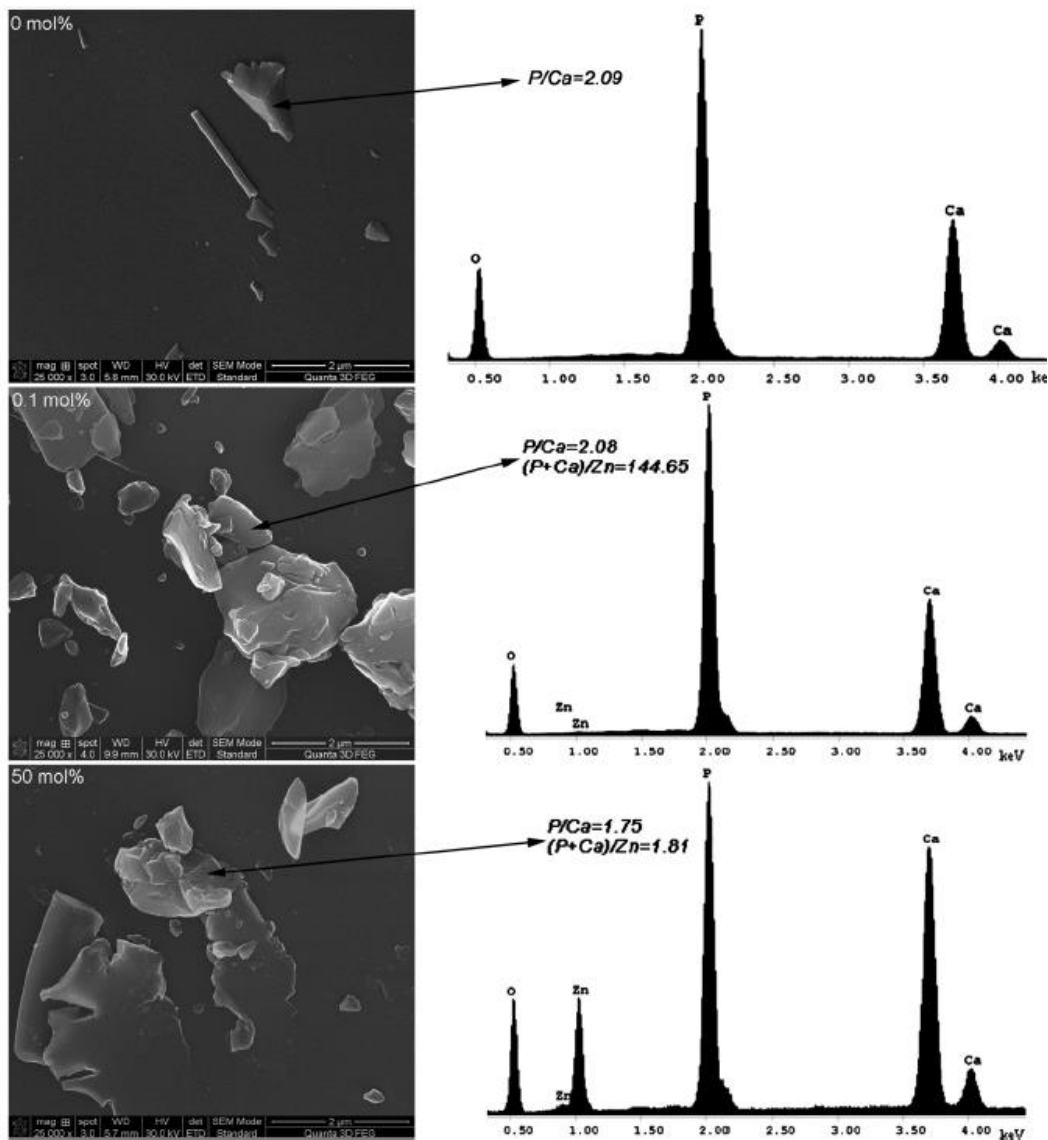


SINTEZA LUCRARII

P6 / 2012

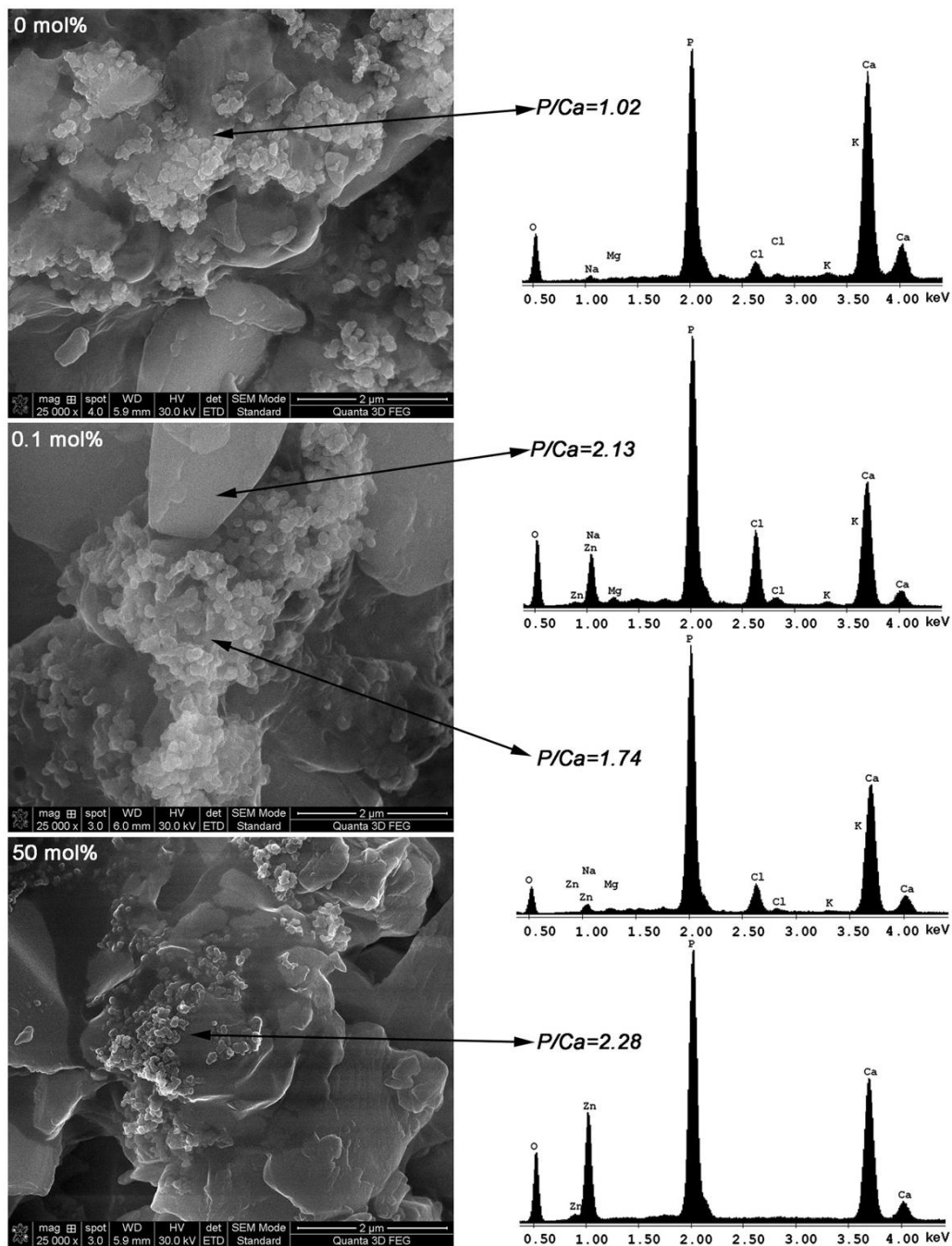
S-au sintetizat sticle oxidice in sistemul ternar pe baza de zinc-calcium-fosfor prin metoda clasica a subracirii topiturilor, si au fost caracterizate prin difractie de raze X, microscopie electronica de baleiaj , analiza elementală prin spectroscopia de dispersie de raze X după energie, spectroscopie in infrarosuu si spectroscopie Raman.



Imagini SEM si analiza elementală a unor sticlele din sistemul $xZnO \cdot (100-x)[CaO \cdot P_2O_5]$

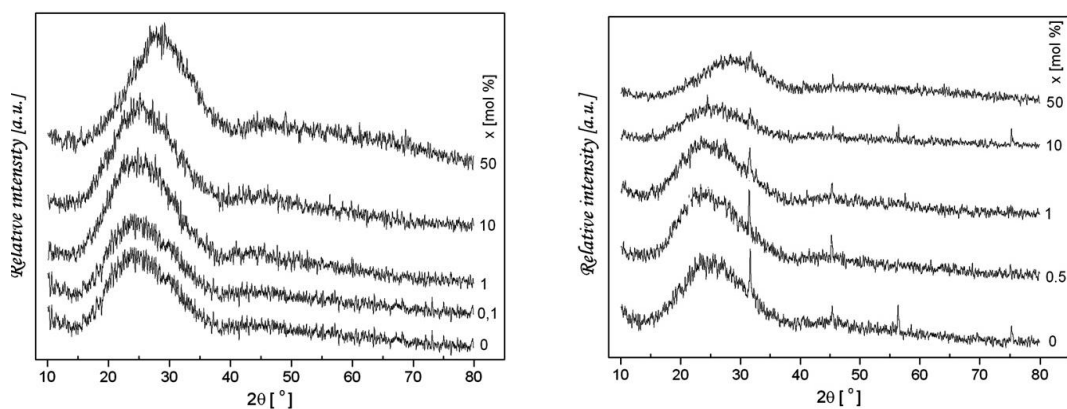
S-a urmarit stabilirea particularitatilor structurale ale acestui sistem, dat fiind faptul ca inca nu este pe deplin elucidat efetul zincului in medii biologice, in special in cazul sticlelor considerate pentru refacerea tesutului osos. Reactivitatea probelor a fost testata in fluid

biologic simulat. Formarea stratului bioactiv de hidroxiapatita a fost corelata cu concentratia de zinc si modificarile structurale induse de cresterea progresiva a continutului sau in matricea calco-fosfatica.



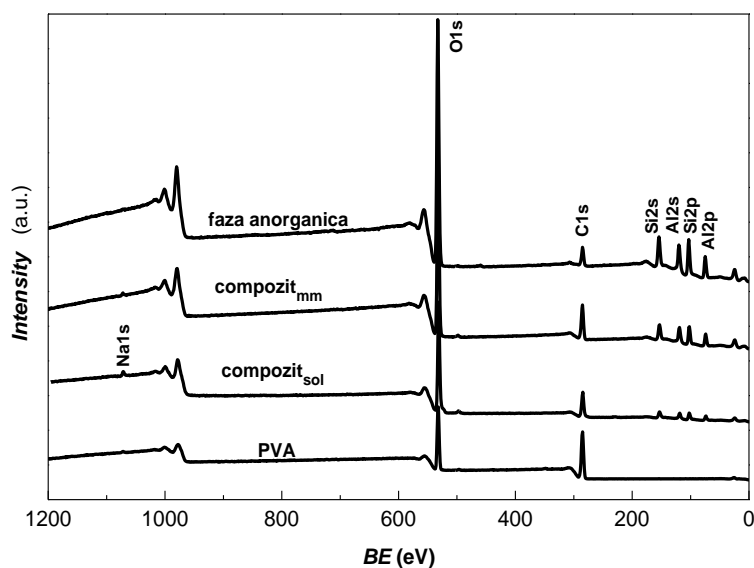
Imagini SEM si analiza elementala a unor sticlele din sistemul $x\text{ZnO}\cdot(100-x)[\text{CaO}\cdot\text{P}_2\text{O}_5]$ dupa 15 zile de imersie in fluid biologic simulat

Aceste modificari determinate de bioactivitatea probelor sunt bine evidentiate si in difractogramele de raze X, spectrele in infrarosu si spectrele Raman.



Difractogramele de raze X inainte si dupa 15 zile de imersie in fluid biologic simulat

De asemenea, au fost studiate nanocompozite obtinute din faza anorganica aluminosilicata preponderent caolinitica si alcool polivinilic. Atasarea proteinelor de aceste compozite s-a urmarit prin spectroscopie fotoelectronica de raze X (XPS) si spectroscopie in infrarosu cu transformata Fourier (FTIR).



Spectrele XPS survey ale celor doua faze si ale compozitelor obtinute in solutie si prin amestec mecanic inainte de imersia in fluid biologic simulat (protocol Kokubo) cu proteina (ASB)

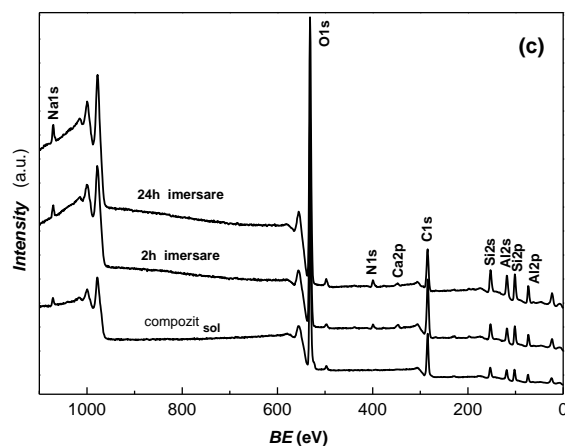
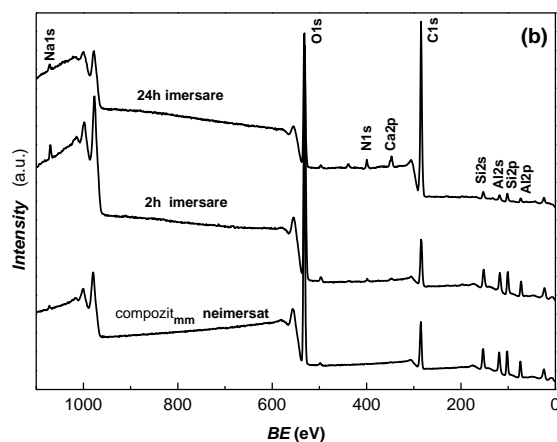
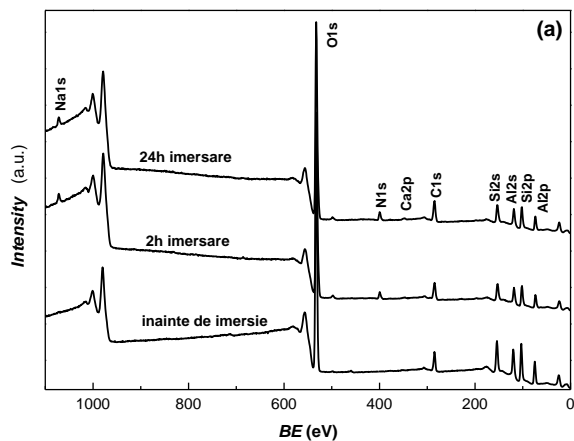
Compozitele au fost sintetizate urmand metoda intercalarii in solutie (compozit_{sol}) si metoda amestecului mecanic (compozit_{mm}).

Analiza elementala la suprafata fazelor si a a compozitelor inainte de imersie

Proba	Compozitia elementala (% at)							Rapoarte atomice		
	O	C	Na	Ca	Mg	Si	Al	C/O	Si/Al	C/Si
polimer	30.3	69.1	0.2	0.27	—	—	—	2.3	—	—

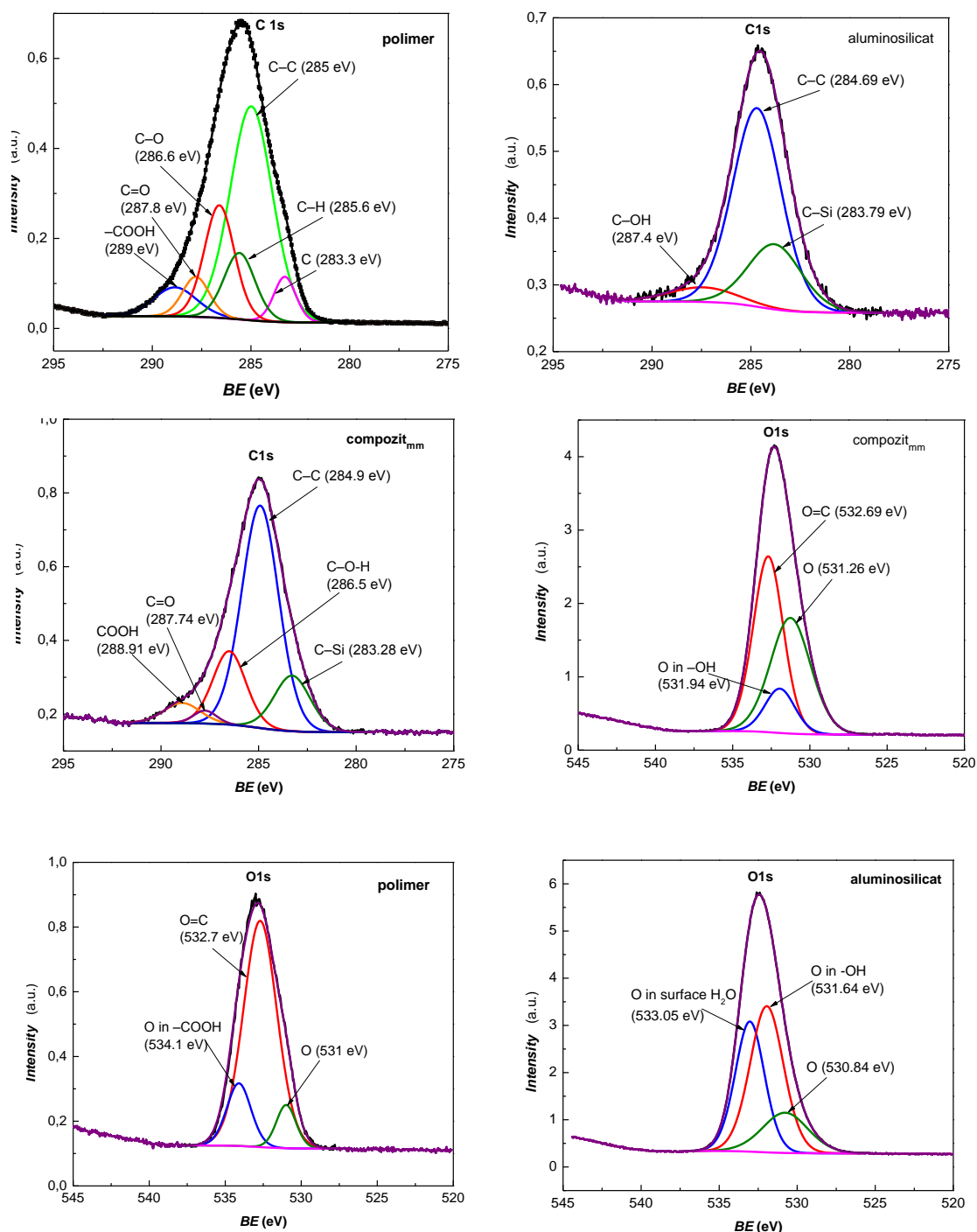
compozit _{mm}	46.2	25.1	0.3	0.7	0.1	13.7	13.8	0.5	0.9	1.83
compozit _{sol}	47.8	32.1	0.7	–	–	10.5	8.9	0.7	1.1	3.06
Aluminosilicat caolinitic	48.0	9.9	0.1	–	–	22.2	19.6	0.2	1.1	0.45

Rezultatele XPS au indicat dispunerea semnificativa a polimerului intre straturile silicatie.



Spectrele XPS survey ale fazei aluminosilicatie (a) si ale compozitelor obtinute prin amestec mecanic (b) si in solutie (c) inainte si dupa 2 si respectiv 24 ore de incubare in fluid biologic simulat la care s-a adaugat ASB

Atat datele XPS cat si cele FTIR au aratat ca atasarea proteinei se produce mai rapid pe probele sintetizate prin metoda intercalarii in solutie, aparand un efect de saturare dupa 2 ore de imersie in mediul biologic simulat in care au fost testate, pe cand in cazul probelor obtinute prin amestec mecanic atasarea s-a prelungit la 24 ore.



Deconvolutia spectrelor de inalta rezolutie C 1s si O 1s inregistrate inainte de incubarea probelor

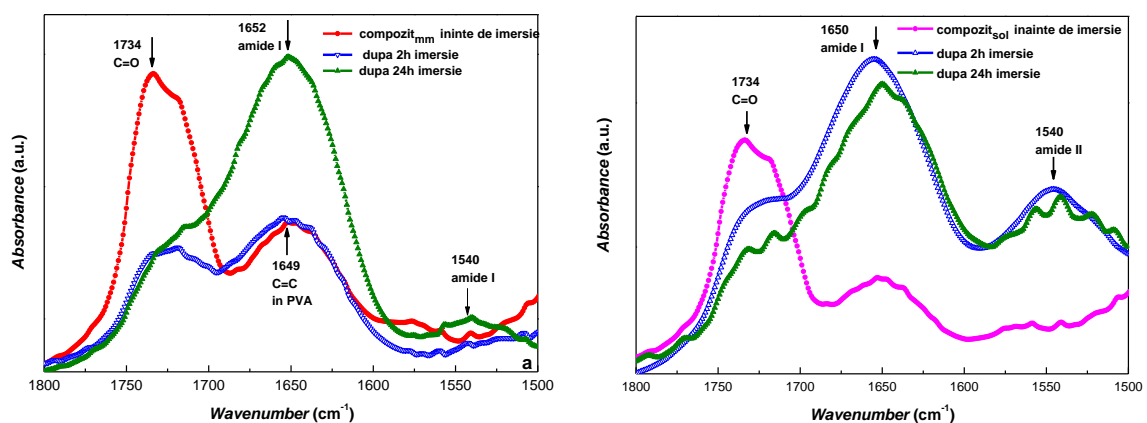
Analiza elementala la suprafata probelor dupa incubare in fluid biologic simulat si ASB

Proba	Compozitia elementala (% at)										
	O	C	N	Na	Ca	Si	Al	P	F	Mg	N:C
aluminosilicat 2h	49.7	13.5	3.0	1.0	0.3	16.0	15.4	0.1	0.4	0.4	0.22
aluminosilicat 24h	48.9	15.6	3.2	0.9	0.3	15.4	13.9	0.3	0.8	0.4	0.20
compozit _{mm} 2h	46	25.7	0.9	0.9	0.3	12.5	12.6	0.3	0.4	0.5	0.03
compozit _{mm} 24h	20.7	67.7	2.0	0.3	1.2	3.9	2.6	0.4	0.9	0.1	0.03
compozit _{sol} h	41.9	33.3	0.9	0.7	0.57	10.8	9.9	0.27	1.4	0.15	0.03
compozit _{sol} 24h	48.7	20.1	2.2	1.2	0.38	13.2	13.7	0.27	-	0.07	0.1

Componentele obtinute in urma deconvolutiei acestor spectre indica diferite tipuri de legaturi stabilite conform energiei de legatura (BE).

Energii de legatura corespunzatoare componentelor rezultate din deconvolutia semnalelor

Proba Linia XPS	polimer		aluminosilicat		compozit _{mm}		Tipul de legatura
	BE (eV)	concentr. (% at)	BE (eV)	concentr. (% at)	BE (eV)	concentr. (% at)	
C 1s	283.3	5.6					C din banda de carbon
			283.79	24.54	283.28	14.60	C-Si
	285	50.8	284.69	68.47	284.916	60.18	C-C
	285.6	11.6					C-H
	286.6	18.95			286.5	17.68	C-O
	287.8	6.05	287.43	6.98	287.74	2.18	C=O
	288.8	7			288.91	5.36	-COOH
O 1s	531	8.53	530.76	17.40	531.26	41.16	O in structura cristalina
			531.94	46.52	531.94	11.80	O in hidroxili (Si-OH, Al-OH)
	532.7	76.31			532.69	47.04	O=C
			533.03	36.08			O in H ₂ O de legatura
	534.1	15.16					O in gruparea -COOH



Spectrele FTIR ale celor doua compozite inainte si dupa incubarea in fluid biologic simulat la care s-a adaugat ASB (detalii din domeniul spectral al benzilor de absorbtie IR ale amidei I si II).

Aceste rezultate spectroscopice recomanda nanocompozitele cercetate, obtinute din faza anorganica aluminosilicata preponderent caolinitica si alcool polivinilic, pentru considerarea lor in aplicatii biomedicale.