

**Университетская клиника г. Кёльн**  
**Центр терапии ротовой полости, зубов и челюсти**

Клиника и поликлиника рото-челюстно-лицевой и пластической хирургии  
и Междисциплинарная поликлиника оральной хирургии и имплантологии

(Европейская Ассоциация дантистов – имплантологов BDIZ EDI)  
Исследования имплантатов 2014/2015

**Количественный и качественный  
элементный анализ поверхностей имплантатов  
с помощью SEM (сканирующий электронный микроскоп)  
и EDX (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия)**

**ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЕ РЕЗУЛЬТАТЫ ИССЛЕДОВАНИЯ**

*Производитель:*

**Medical Instinct Deutschland GmbH**

*Проанализированный продукт(ы):*

**BoneTrust plus LOT 611043**

**Глава:**

Профессор, д-р медицинских наук Иоахим Е. Цёллер

Междисциплинарная поликлиника  
оральной хирургии и имплантологии  
Отделение черепно-челюстно-лицевой и  
пластической хирургии, E 01 Trakt D  
University of Cologne, Kerpener Str. 62  
50937 Cologne Germany.

**Руководитель проекта:**

Д-р стоматологии Дирк У. Дуддэк

Глава отдела анализа поверхностей.  
Моб.: +49 171 5477 191  
Факс: +49 30 640 80 206  
E-mail: duddeck@bdizedi.org

**В сотрудничестве с:**

Европейская Ассоциация дантистов – имплантологов BDIZ EDI,  
Комитет по качеству и исследовательской работе.

**Технический анализ проведён:** dedeMED, Берлинский Институт исследования медицинских материалов,  
доктор наук Дирк Дуддек, Klingsorstrasse 116, 12203 Berlin, Germany.

<b>1. Предпосылки и цели</b> .....	3
<b>2. Материал и метод / Протокол исследования</b> .....	4
2.1 Научная рабочая станция и тестовая процедура.....	4
2.2 Реконструкция шероховатости в 3D.....	5
2.3 Исследование поверхности имплантата с помощью SEM.....	5
2.4 Количественный и качественный анализ поверхностей имплантата (EDX-спек троскопия энергетической дисперсии рентгеновского излучения).....	5
<b>3. Medical Instinct - BoneTrust plus LOT 611043</b> .....	6
3.1 Реконструкция шероховатости в 3D.....	6
3.2 Топография поверхности – контрастные изображения материала (резьба).....	7
3.3 Топография поверхности – контрастные изображения материала (тело).....	9
3.4 Анализ EDX (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия) участок 1.....	11
<b>4. Синописис</b> .....	12
<b>5. Подпись(и) координатора(ов) исследований</b> .....	13

**Примечание:**

Все материалы этого доклада, включая изображения, охраняются авторским правом и являются эксклюзивной собственностью автора.

Поверхности имплантатов модифицируются микроструктурами и расширением поверхности для улучшения остеоинтеграции. Многочисленные исследования показали повышенную склонность к срастанию и созданию остеобластической матрицы на ретенционных титановых поверхностях.

В 2008 году Кёльнский Университет, Германия и Европейская Ассоциация дантистов – имплантологов BDIZ EDI со своим Комитетом по качеству и исследовательской работе ([www.bdizedi.org](http://www.bdizedi.org)) провели исследования с помощью сканирующего электронного микроскопа и проанализировали поверхности 23 энossalных титановых имплантатов нескольких производителей в отделении черепно-челюстно-лицевой и пластической хирургии Междисциплинарной поликлиники оральной хирургии и имплантологии Кельнского Университета<sup>1</sup>. Протестированные имплантаты показали единичные и/или обширные отложения. В зависимости от процесса изготовления были найдены накопления органического (углерод) или неорганического материала такого, как алюминий, кремний, фосфор, сера, хлор, калий и кальций.

В 2011-2012 мы провели ту же процедуру на 57 стоматологических имплантатах разных производителей. Как бы там ни было, производство имплантатов требует адекватной системы контроля качества. Хотя со времени нашего первого анализа в 2008 некоторые производители ввели значительные улучшения, исследования в 2011-2012 опять выделили несколько имплантатов с достаточно большими площадями поверхности, повреждённой налётом и выборочными органическими примесями<sup>2</sup>.

Европейская Ассоциация дантистов – имплантологов BDIZ EDI<sup>3</sup>, представляющая более 5500 имплантологов в Европе, на своём общем собрании получила запрос на проведение таких исследований регулярно и на публикацию результатов в Европейском стоматологическом журнале EDI.

Используя те же материалы и методы, что касается технической стороны, данное исследование позволяет провести сравнение с результатами предыдущих исследований.

Цель данного исследования, являющегося продолжение двух других описанных выше - подтвердить улучшение производства и контроля качества, а также продемонстрировать высокий уровень качества принимающих участие производителей и компаний, занимающихся имплантатами.

<sup>1</sup> Дуббэк Д.У. Сравнительное исследование поверхностей различных имплантатов с помощью анализа SEM (постпрезентация) 18ый Ежегодный Научный съезд Европейской Ассоциации остеоинтеграции, 30 сентября – 3 октября 2009, Монако, Франция.

<sup>2</sup> Дуббэк Д.У. и др. Характеристики поверхности и качество имплантатов в стерильной упаковке, Журнал EDI 2013-1.

<sup>3</sup> Европейская Ассоциация дантистов – имплантологов BDIZ EDI определила предварительные стандарты для процедуры оценивания всех имплантологических систем и продолжает проводить структурированные образовательные мероприятия. Первичные задания BDIZ EDI – обеспечивать своих членов поддержкой и обеспечивать качество имплантологических материалов.

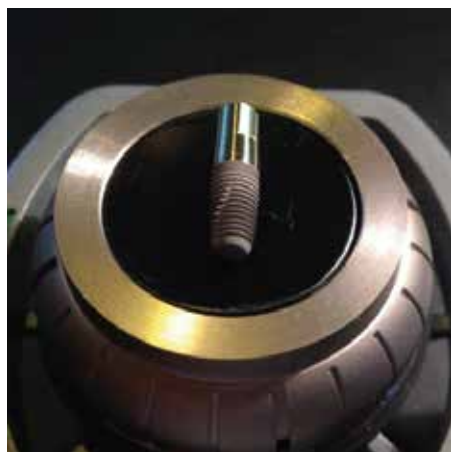
### 2.1 Научная рабочая станция и тестовая процедура

Научная рабочая станция - это сканирующий электронный микроскоп Phenom proX, оборудованный высокочувствительным детектором обратно-рассеянных электронов, который позволяет делать снимки структурного и топографического типа. Анализ EDX (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия) проводится с помощью дрейфового кремниевого детектора с термоэлектрическим охлаждением (SDD).



*Рабочая станция со сканирующим электронным микроскопом Phenom proX*

Каждый имплантат достают из упаковки стерильным пинцетом, не дотрагиваясь до поверхности, и фиксируют на держателе образца. После создания вакуума в электронном микроскопе происходит получение изображений и анализ EDX.



*Имплантат (пример), зафиксированный на держателе образца*

## 2.2 Реконструкция шероховатости в 3D

С помощью особого приложения для реконструкции шероховатости в 3D, основанном на технологии «форма через затенение», используемая в этом исследовании система SEM способна создавать трёхмерные изображения и измерения шероховатости в субмикронах.

Трёхмерные изображения помогают расшифровать характеристики образца и делают снимки понятными. В дополнение, система способна измерять среднюю шероховатость (Ra) и высоту неровностей (Rz). Из-за технологии «форма через затенение» данные Ra и Rz этого исследования, как правило, понимаются просто как приближительные значения.

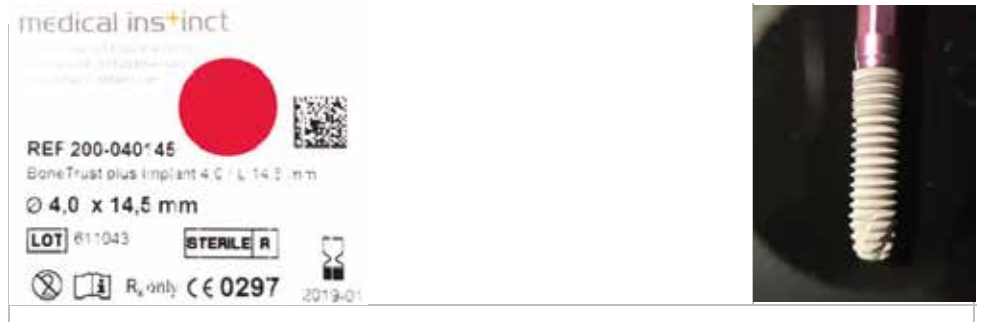
## 2.3 Исследование поверхности имплантата с помощью SEM (сканирующий электронный микроскоп)

Сканирующая электронная микроскопия (SEM) даёт возможность локальной оценки поверхности имплантата. Особенно при низком напряжении и на маленьких рабочих расстояниях удаётся получить изображения с высоким контрастом. Высокочувствительный детектором обратно-рассеянных электронов позволяет делать снимки структурного и топографического типа с увеличением в 20 000 раз.

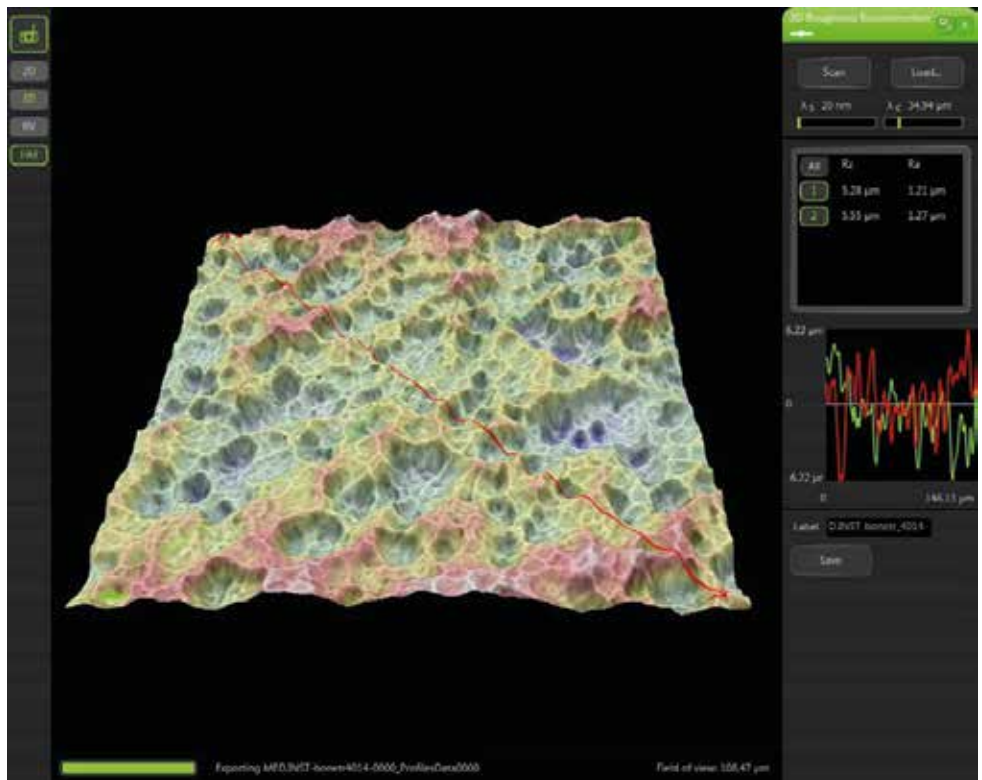
Кроме информации о морфологии и топографии поверхности, с помощью этого детектора можно делать выводы о химической природе и месте нахождения разнообразных остатков или загрязнений на исследуемом материале.

## 2.4 Количественный и качественный анализ поверхностей имплантата (EDX)

Спектроскопия энергетической дисперсии рентгеновского излучения (EDX) анализирует рентгеновские лучи, созданные электронами из луча электронов (источник электронов  $\text{CeV}_6$ ), во время их взаимодействия с образцом. Каждый элемент излучает специфические рентгеновские пики. Программное обеспечение для идентификации элементов позволяет распознать даже скрытые элементы на образце путём точечного анализа. Все результаты подтверждаются, используя интерактивное восстановление сигнала методом обратного вытягивания кривых. Анализ всей площади и анализ одной или нескольких точек проводятся для каждого исследуемого имплантата (анализ площадей и точек с помощью EDX). Анализ площади покрывает всю площадь имплантата в фокусе микроскопа. Для точечного анализа луч электронов фокусируется на заданном участке для получения информации об определённых накоплениях на поверхности имплантата. Если необходимо, элементная карта показывает распределение элементов по образцу. Избранные элементы могут быть обозначены. Сопоставление этих элементов с изображением в обратно-рассеянных электронах даёт четкое понимание распределения элементов в образце. Линейное сканирование позволяет провести анализ определённой линии. Линейный профиль каждого выбранного элемента выводится на экран.



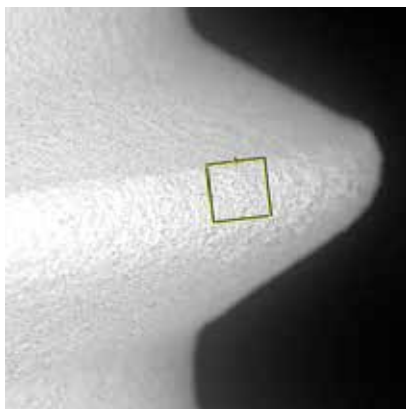
### 3.1 Реконструкция шероховатости в 3D



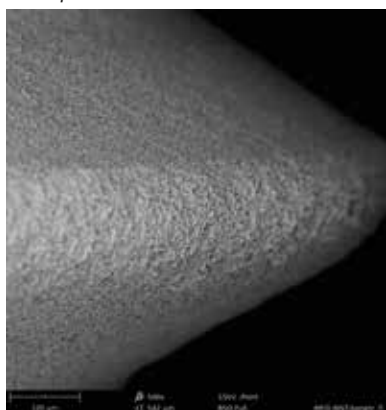
### 3.2 Топография поверхности – контрастные изображения материала (резьба)



Камера Phenom



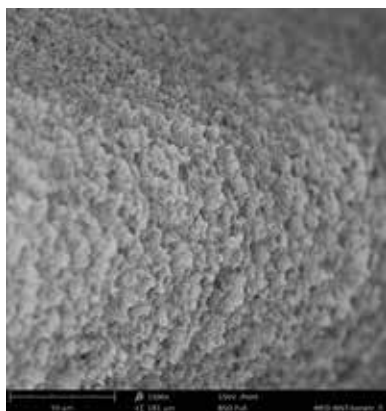
Поле зрения



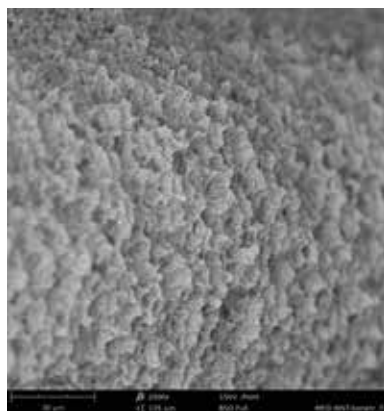
500x



1.000x

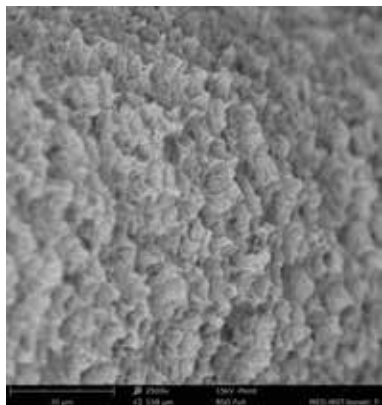


1.500x

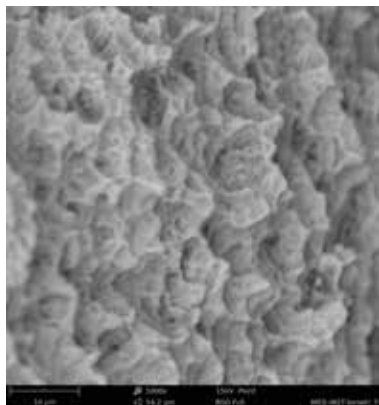


2.000x

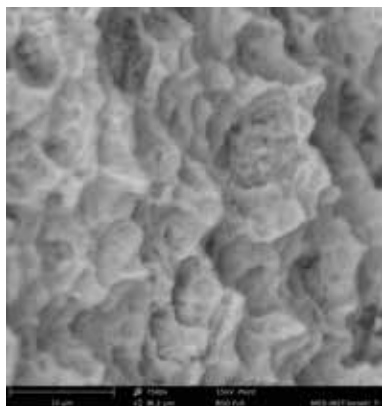
## Топография поверхности – контрастные изображения материала (резьба)



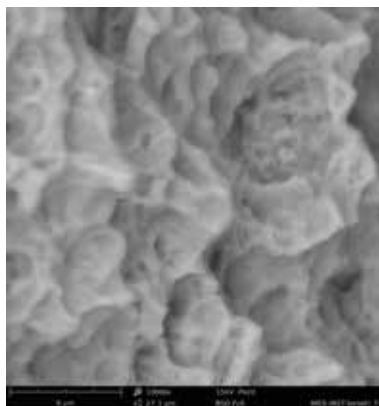
2.500x



5.000x



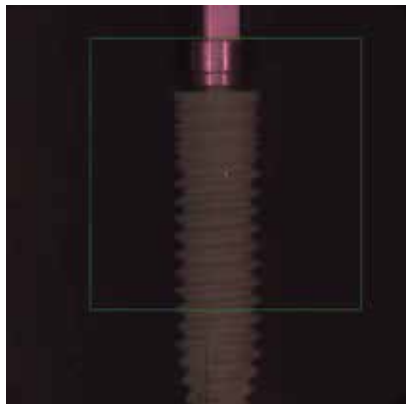
7.500x



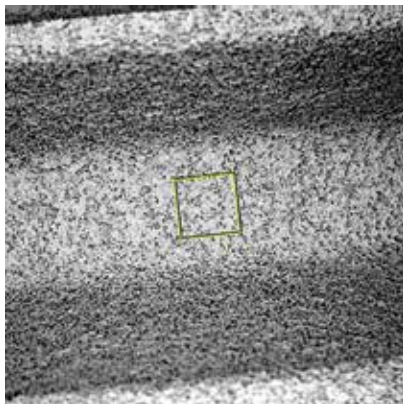
10.000x



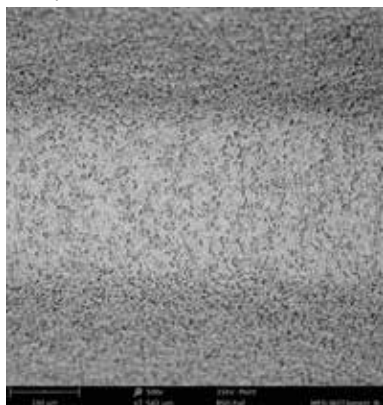
### 3.3 Топография поверхности – контрастные изображения материала (тело)



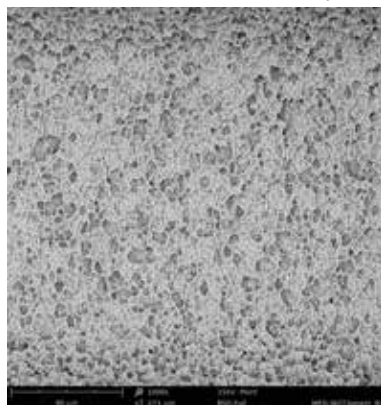
Камера Phenom



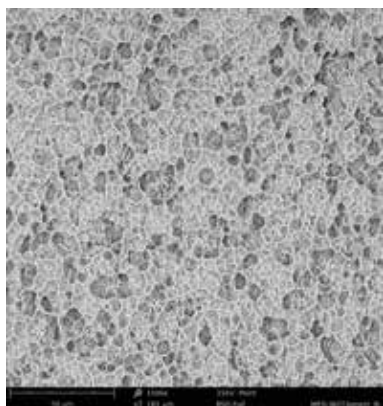
Поле зрения



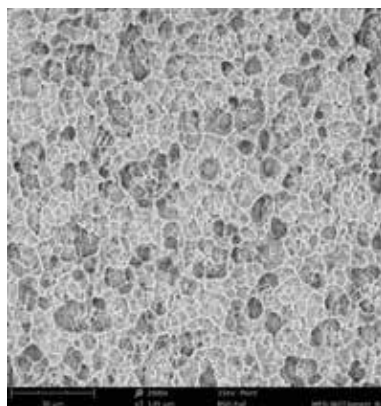
500x



1.000x

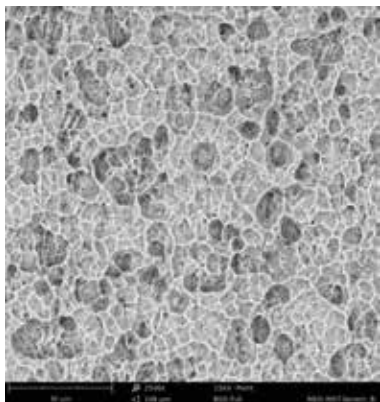


1.500x

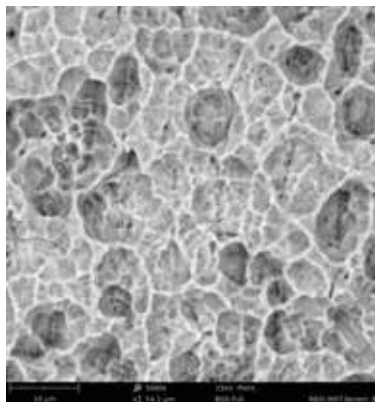


2.000x

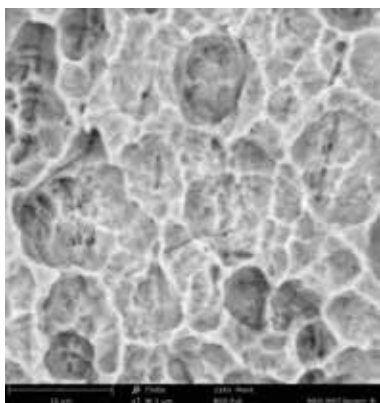
## Топография поверхности – контрастные изображения материала (тело)



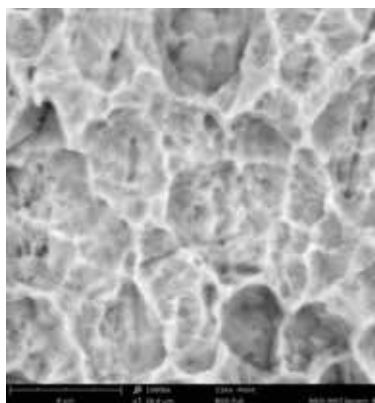
2.500x



5.000x

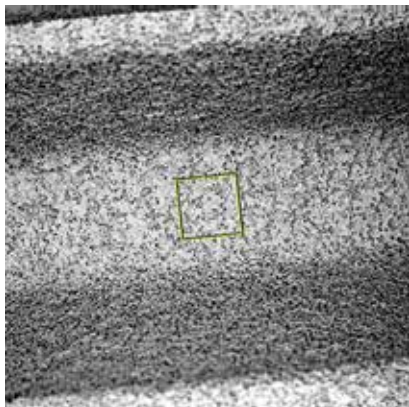


7.500x

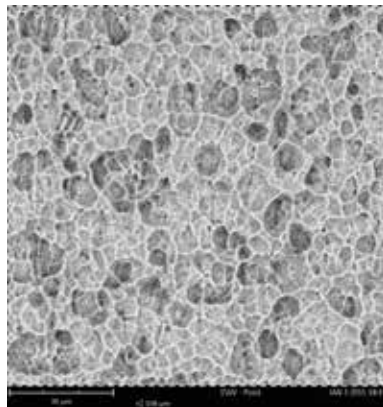


10.000x

### 3.4 Анализ EDX (энергодисперсионная рентгеновская спектроскопия) участок 1



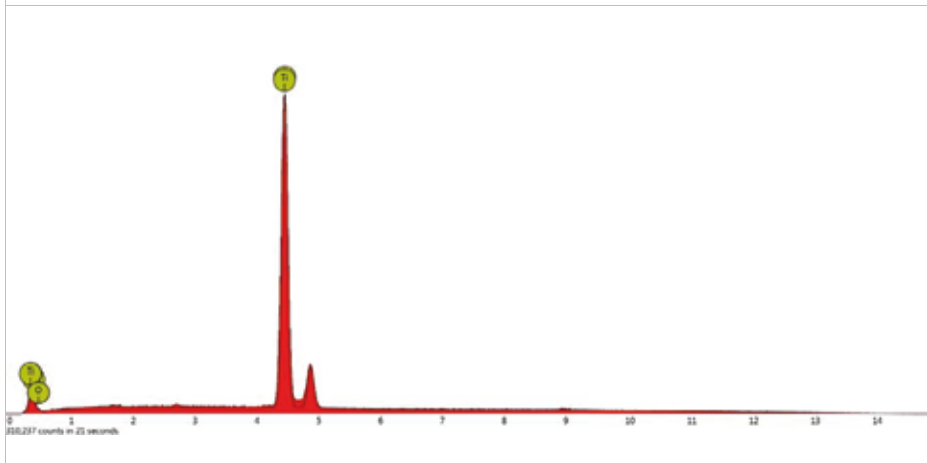
Поле зрения



Участок

	Атомная процентная концентрация	Точность
Ti	86,1%	1,00
O	13,9%	0,94

#### Количественный элементный анализ



#### Качественный элементный анализ

<i>Производитель:</i>	<b>Medical Instinct Deutschland GmbH</b>
<i>Проанализированный продукт(ы):</i>	BoneTrust plus LOT 611043                      Срок годн.: 01.2019
<i>Название исследования:</i>	Исследования имплантатов 2014/2015 Количественный и качественный элементный анализ поверхностей имплантатов с помощью SEM и EDX
<i>Исследователь(и):</i>	Д-р Дирк У. Дуддэк
<i>Исследовательский центр:</i>	Междисциплинарная поликлиника оральной хирургии и имплантологии, Отделение черепно-челюстно-лице- вой и пластической хирургии, Кёльнский университет
<i>Исследование проведено:</i>	dedeMED - Берлинский Институт исследования медицинских материалов
<i>Время проведения:</i>	Сентябрь 2014 – март 2015
<i>Методика:</i>	Сканирующий электронный микроскоп Phenom proX, оборудованный высокочувствительным детектором обратно-рассеянных электронов (снимки структурного и топографического типа) Анализ EDX (спектроскопия энергетической дисперсии рентгеновского излучения): Тип детектора: дрейфовой кремниевый детектор (SDD) С термоэлектрическим охлаждением (без LN <sub>2</sub> ) Активная площадь детектора: 25 мм <sup>2</sup> Рентгеновское окно: ультратонкое нитридокремние- вое (Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ) окно, позволяющее обнаружение элементов от C до Am Энергетическое разрешение Mn Kα ≤ 140 eV Макс. индекс подсчёта входов: 300 000 cps
<i>Обобщение/Вывод:</i>	Имплантат BoneTrust plus, предоставленный для анализа Medical Instinct Deutschland GmbH, не показал значимых следов неорганических и органических отложений и продемонстрировал высокую механиче- скую точность.

НАЗВАНИЕ ИССЛЕДОВАНИЯ: Исследования имплантатов 2014/2015  
Количественный и качественный элементный анализ  
поверхностей имплантатов с помощью SEM и EDX

АВТОРЫ ИССЛЕДОВАНИЯ: Д-р Дирк У. Дуддэк

Междисциплинарная поликлиника оральной хирургии и имплантологии,  
Отделение черепно-челюстно-лицевой и пластической хирургии, Кёльнский  
университет  
Глава: Проф. Д-р мед. наук Иоахим Е. Цёллер  
Адрес: University of Cologne, Kerpener Str. 62, D 50937 Cologne Germany  
E-mail: duddeck@bdizedi.org

*Я прочитал этот доклад и подтверждаю, что, насколько мне известно,  
он точно описывает проведение и результаты исследования.*

ИССЛЕДОВАТЕЛЬ: Д-р Дирк У. Дуддэк

ДАТА: 3 марта 2015

