



**UNIKLINIK  
KÖLN**

Zentrum für  
Zahn-,Mund-und  
Kieferheilkunde

Klinik und Poliklinik für Mund-, Kiefer-, und  
Plastische Gesichtschirurgie und Interdisziplinäre  
Poliklinik für Orale Chirurgie und Implantologie

Выдержки из:

**Исследования имплантатов BDIZ EDI 2014/2015**

**Качественный и количественный элементный анализ  
поверхности имплантатов методами SEM и EDX**

**ПРЕДВАРИТЕЛЬНЫЙ ОТЧЕТ**

Компания-производитель имплантатов:  
**PALTOP Advanced Dental Solutions LTD.**

Образец для исследования:  
**Имплантат Paltop Advanced LOT WO-002483**

**Руководитель проекта:**

Prof. Dr. Dr. Joachim E. Zöller Interdisciplinary Policlinic for Oral Surgery and Implantology Dep. for Craniomaxillofacial and Plastic Surgery; E 01 Trakt D University of Cologne Kerpener Str. 62 50937 Cologne, Germany

**Менеджер проекта:**

Dr. med. dent. Dirk U. Duddeck  
Head of Surface Analyses  
Mobile: +49 171 5477 91  
Fax: +49 30 640 80 206  
Mail: duddeck@bdizedi.org

**В сотрудничестве с**

Комитетом по качеству и исследованиям Европейской ассоциации дентальных имплантологов BDIZ-EDI



## Содержание

1	Цель и предпосылки исследования.....	3
2	Материалы и методы/Протокол исследования.....	4
2.1	Стенд для исследований и процедура проверки.....	4
2.2	3D-реконструкция шероховатости.....	5
2.3	SEM-исследования поверхности имплантатов.....	5
2.4	Качественный и количественный EDX-анализ поверхности.....	5
3	Имплантат Paltop Advanced LOT WO-002483.....	6
3.1	3D-реконструкция шероховатости поверхности.....	6
3.2	Контрастные снимки микротопографии поверхности (резьба).....	7
3.3	Контрастные снимки микротопографии тела имплантата.....	9
3.4	Контрастные снимки микротопографии плеча имплантата.....	11
3.6	EDX-анализ поверхности.....	13
4	Краткие сведения об исследовании.....	14
5	Подпись координатора исследования.....	15

Примечание: Все материалы данного исследования, включая снимки, защищены авторским правом и являются исключительной собственностью автора.

## 1 Цель и предпосылки исследования

Дентальные имплантаты подвергаются модификации в процессе производства для получения микроструктуры поверхности и увеличения её площади на микроуровне с целью улучшения остеоинтеграции. Ряд исследований показал положительное влияние такого подхода на клеточную адгезию и остеогенезис специально обработанной поверхности титановых имплантатов.

В 2008 году Кельнский университет (Германия) и BDIZ EDI (Европейская ассоциация дентальных имплантологов), совместно с её комитетом по качеству и исследованиям ([www.bdizedi.org](http://www.bdizedi.org)) провели проверку 23 эндооссальных титановых имплантатов нескольких производителей методом электронной микроскопии. Проверка проходила в Амбулаторном междисциплинарном отделении хирургии полости рта и имплантологии кафедры челюстно-лицевой и пластической хирургии Кельнского университета.<sup>1</sup> Проверенные имплантаты имели единичные или обширные загрязнения. В зависимости от производственного процесса, поверхность имплантатов носила следы органических или неорганических веществ (таких как алюминий, кремний, фосфор, сера, хлор, калий и кальций).

В 2011-2012 гг. было проведено исследование ещё 57 имплантатов разных поставщиков. Производство дентальных имплантатов требует тщательного контроля их качества. Хотя у кого-то из производителей наблюдались явные улучшения, по сравнению с первым исследованием в 2008 г., вторая проверка вновь выявила несколько имплантатов с обширными участками поверхности, загрязненными средствами для пескоструйной обработки и некоторыми органическими включениями.<sup>2</sup>

BDIZ EDI<sup>3</sup>, представляющая более чем 5500 практикующих имплантологов в Европе, на своей генеральной ассамблее решила продолжать указанные проверки, на периодической основе, и публиковать их результаты в Журнале европейских дентальных имплантологов (European EDI Journal).

В продолжение первых двух исследований, проверка, описываемая в данной публикации, призвана выяснить, изменилось ли с тех пор что-то в процессе производства имплантатов и менеджменте их качества, а также продемонстрировать высокий уровень качества продукции компаний, принявших участие в исследовании.

1) Д. У. Дуддек, Сравнительное исследование различных поверхностей имплантатов методом растровой электронной микроскопии (Доклад на 18м ежегодном симпозиуме Европейской ассоциации по остеоинтеграции, 30.09 - 3.10.2009 г., Монако).

2) Д. У. Дуддек и др., Характеристики поверхности и качество имплантатов в стерильной упаковке, EDI Journal 2013-1

3) BDIZ EDI разработала предварительные стандарты на проведение проверок имплантатов и проводит регулярные обучающие программы для имплантологов. Главной целью ассоциации является предоставление её членам актуальной информации и консультаций, а также улучшение качества дентальных имплантатов и сопутствующих материалов.

## 2 Материалы и методы/Протокол исследования

### 2.1 Стенд для исследований и процедура проверки

Стенд включает растровый электронный микроскоп Phenom proX с высокочувствительным детектором обратного рассеяния электронов, с режимами определения элементного состава и топографическим. Анализ методом энергодисперсионной рентгеновской спектроскопии (EDX) проводился с использованием полупроводниковой дрейфовой камеры с термоэлектрическим охлаждением.

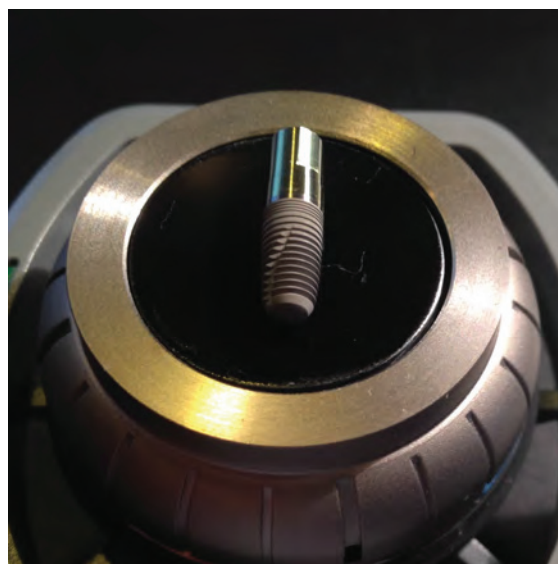


Рабочая станция с растровым электронным микроскопом (SEM) Phenom proX

Имплантаты вынимались из упаковок стерильными щипцами, исключая касания их рабочей поверхности, и укреплялись на специальном держателе образцов, помещаемом в микроскоп. После создания вакуума в рабочей камере микроскопа, производился визуальный контроль поверхности и ее EDX-анализ.



Имплантат размещен на держателе



## 2.2 3D-реконструкция шероховатости

С помощью специального программного обеспечения, стенд может визуализировать шероховатость исследуемой поверхности в виде трехмерных изображений и производить субмикронные измерения её параметров.

Данные изображения помогают интерпретировать физические параметры образцов и делают снимки, полученные с микроскопа, более наглядными и понятными. Система позволяет также измерить среднюю (Ra) и максимальную (Rz) шероховатость. Однако из-за ограничений технологии, используемой для измерений шероховатости в данном исследовании, параметры Ra и Rz должны приниматься лишь в качестве примерных.

## 2.3 SEM-исследования поверхности имплантатов

Электронная микроскопия (SEM) позволяет произвести оценку поверхности образца. В частности, при невысоких напряжениях и небольшом расстоянии до образца, могут быть получены изображения с высокой контрастностью. Детектор обратного рассеяния электронов (BSE) генерирует изображения в режиме элементного анализа и в топографическом режиме с увеличением до 20 000х. Кроме информации о морфологии и топографии поверхности, детектор BSE позволяет сделать выводы о химической природе различных загрязнений на поверхности образца и их расположении.

## 2.4 Качественный и количественный EDX-анализ поверхности

Все результаты уточнялись методом итеративной пиковой деконволюции. Каждый имплантат подвергался зонному и точечному EDX-анализу (единичному и множественному). Зонный анализ производился на всей поверхности имплантата, находящейся в фокусе электронного микроскопа. При точечном анализе, пучок электронов фокусируется на выбранном участке для сбора информации о нем - например, о имеющихся на нем загрязнениях.

При необходимости, создаётся карта распределения химических элементов на поверхности образца. Для неё могут быть отобраны отдельные элементы. Совмещение данной карты с изображением, полученным с помощью детектора BSE, дает представление об элементном составе поверхности. Линейное сканирование позволяет произвести анализ поверхности образца вдоль выбранной оси и выдать на экран график распределения элементов на ней.

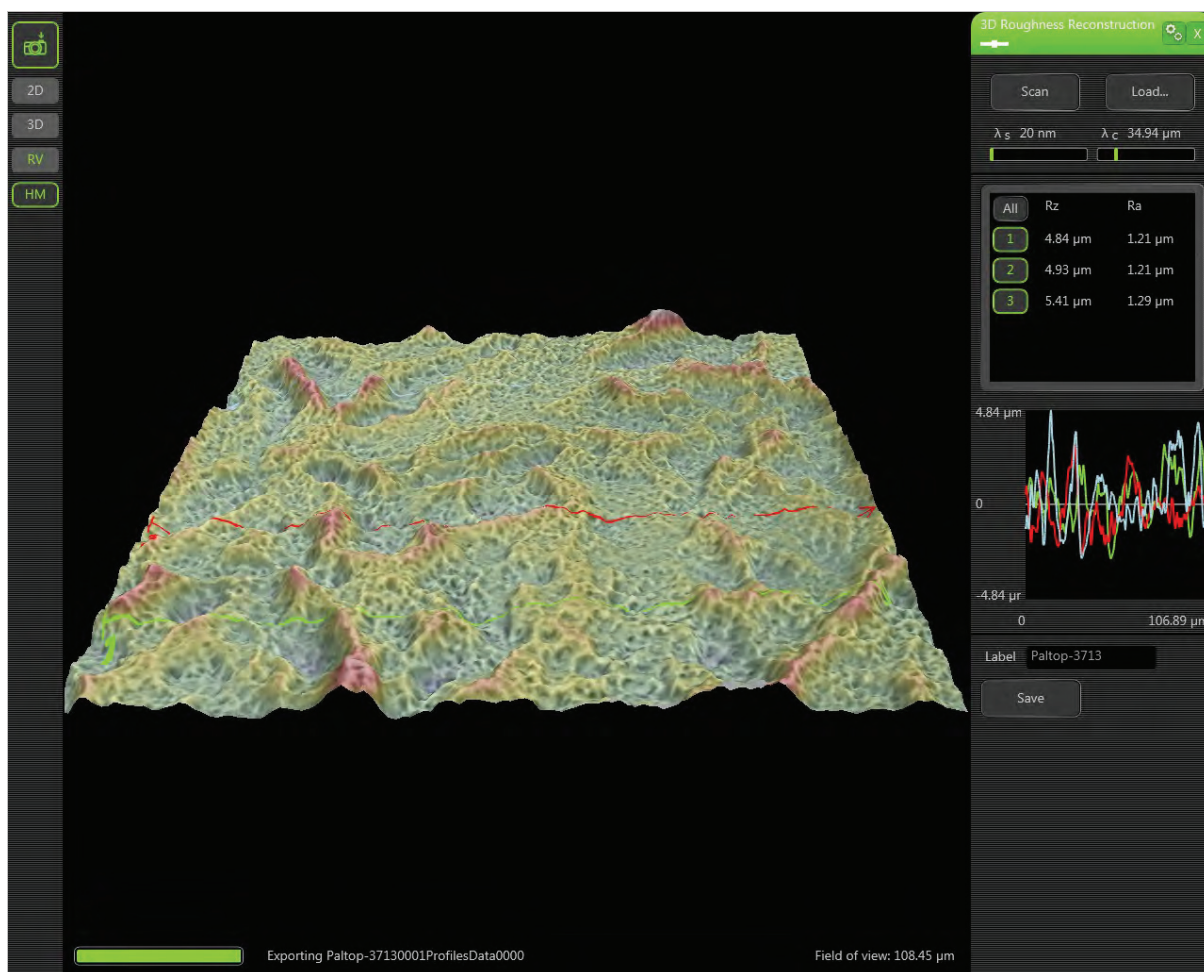


### 3 Имплантат Paltop Advanced

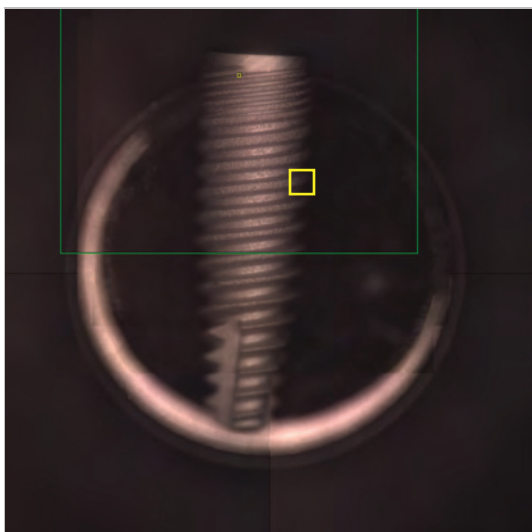
LOT WO-002483



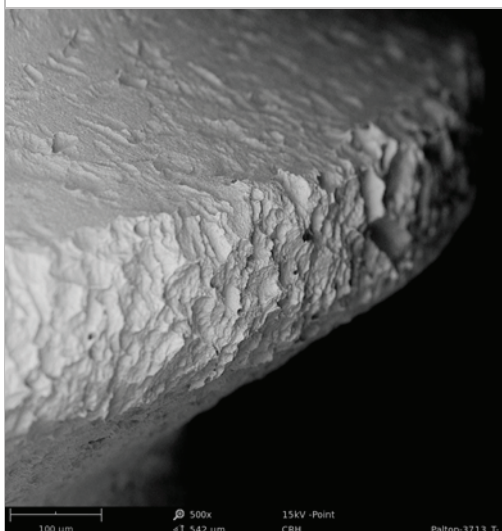
#### 3.1 3D-реконструкция шероховатости



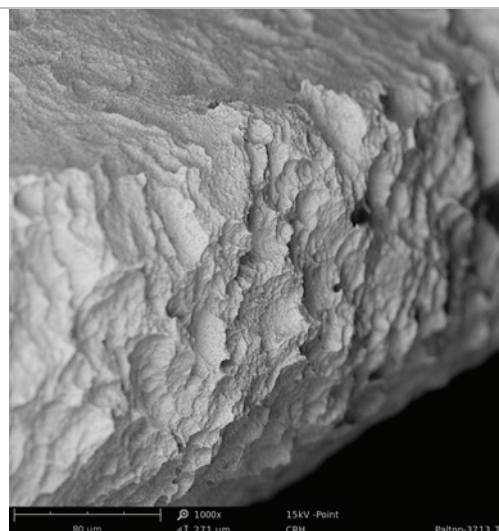
### 3.2 Контрастные снимки микротопографии поверхности (резьба)



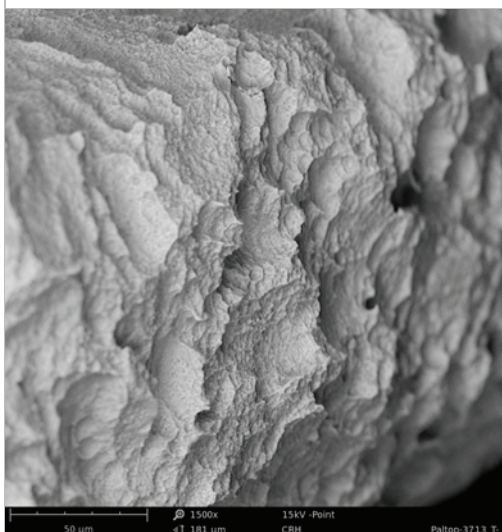
Снимок с оптической камеры микроскопа



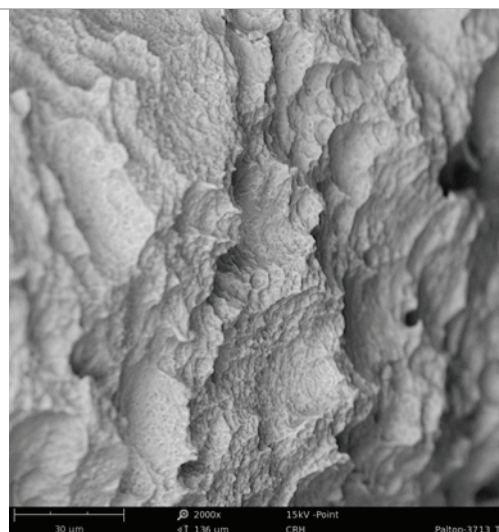
Увеличение 500x



Увеличение 1.000x

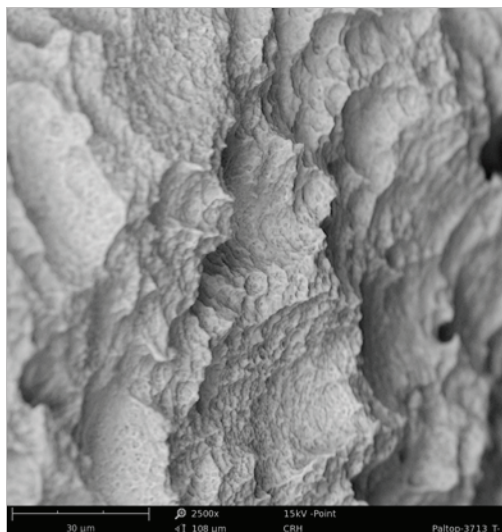


Увеличение 1.500x

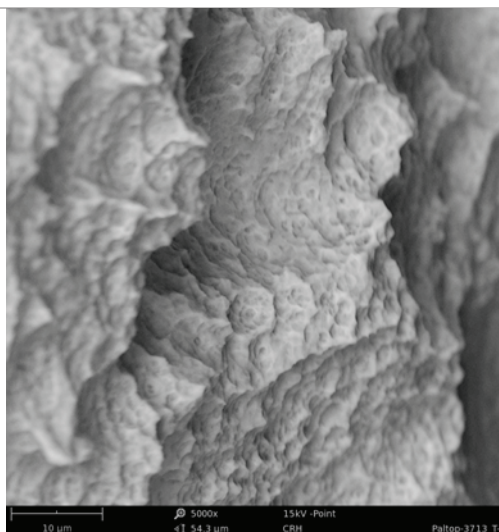


Увеличение 2.000x

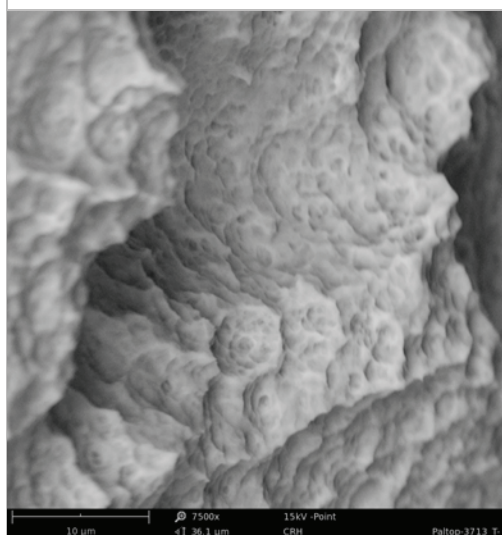
## Контрастные снимки микрофотографии резьбы (продолжение)



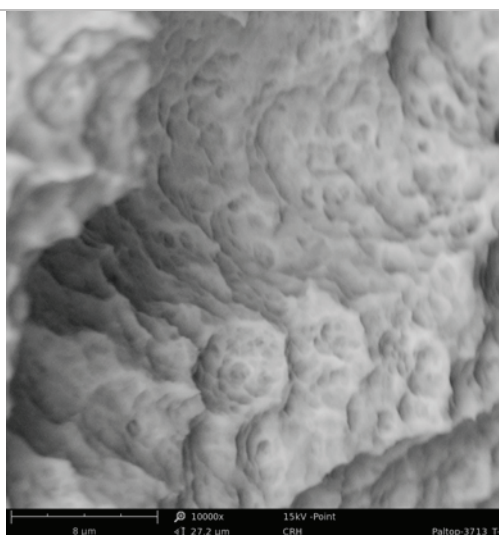
Увеличение 2.500x



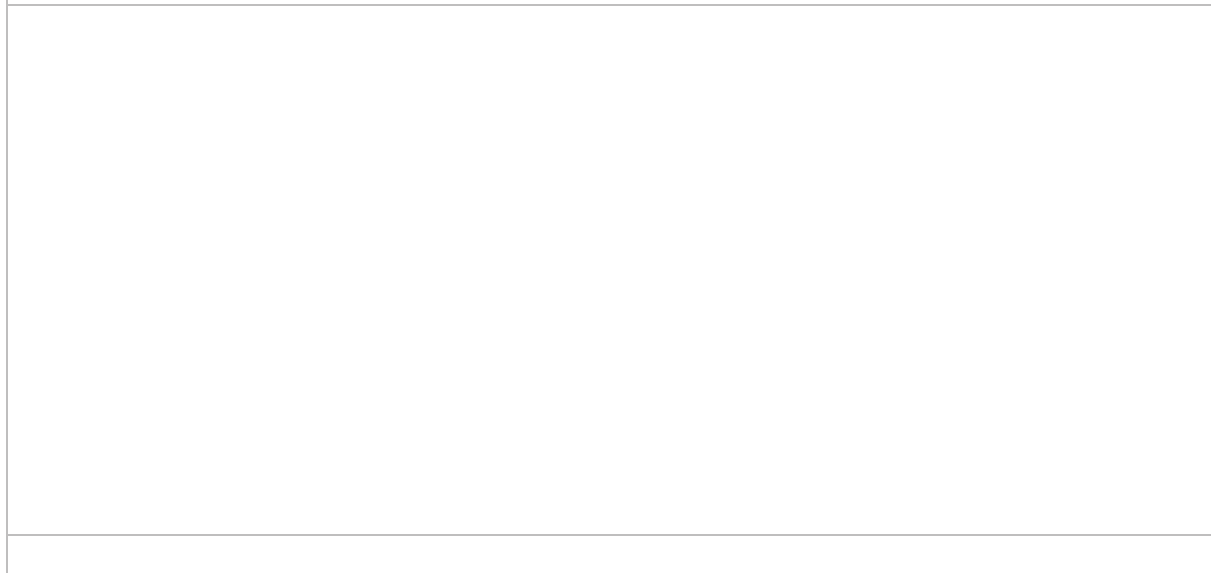
Увеличение 5.000x



Увеличение 7.500x

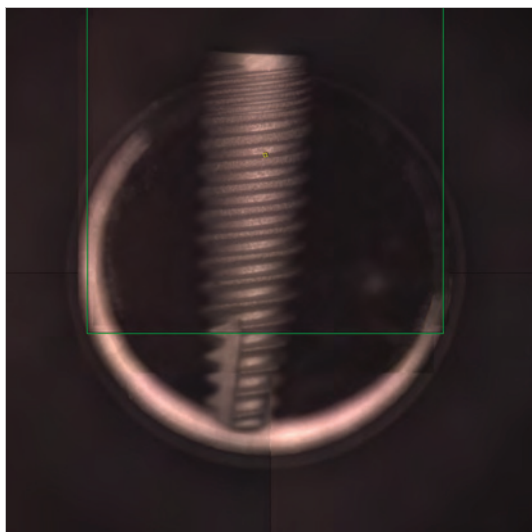


Увеличение 10.000x

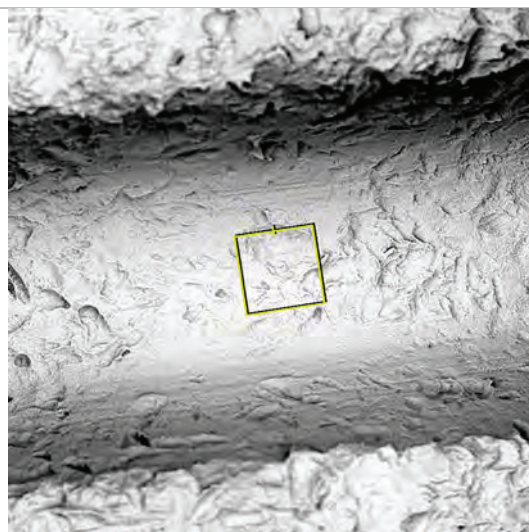




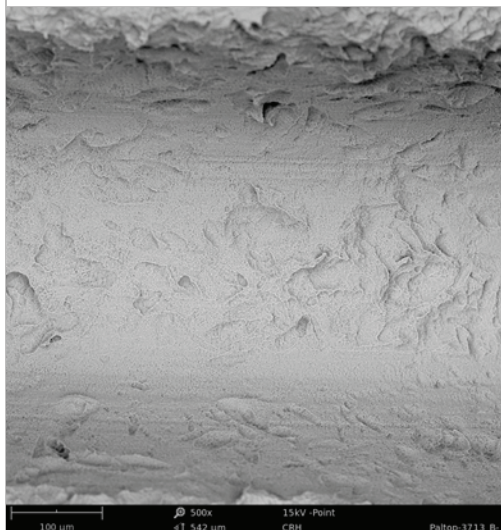
### 3.3 Контрастные снимки микротопографии тела имплантата



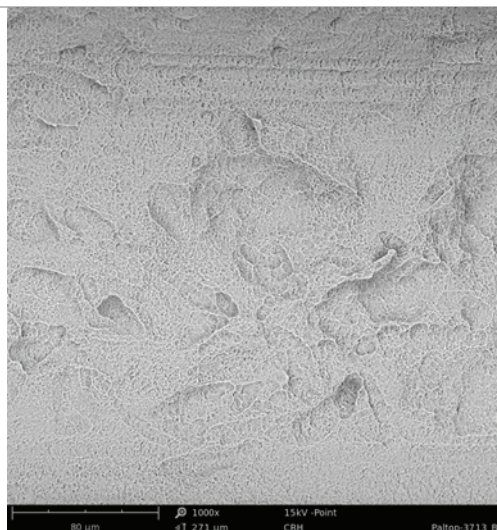
Снимок с оптической камеры микроскопа



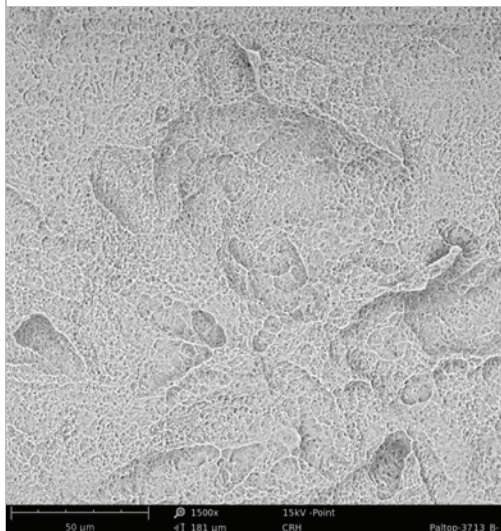
Исследуемый участок



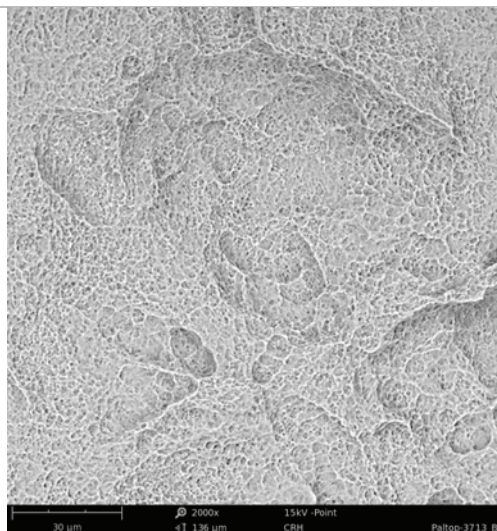
Увеличение 500x



Увеличение 1.000x



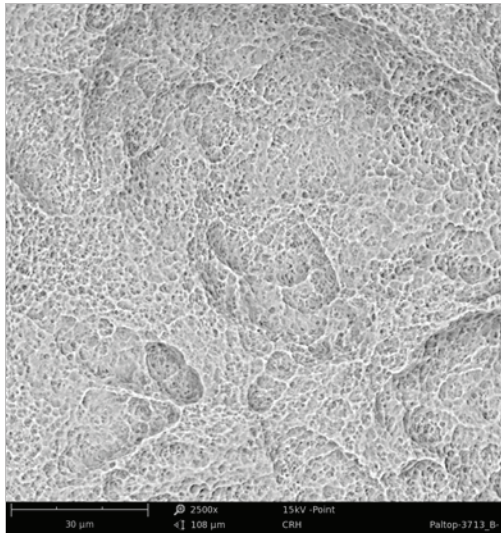
Увеличение 1.500x



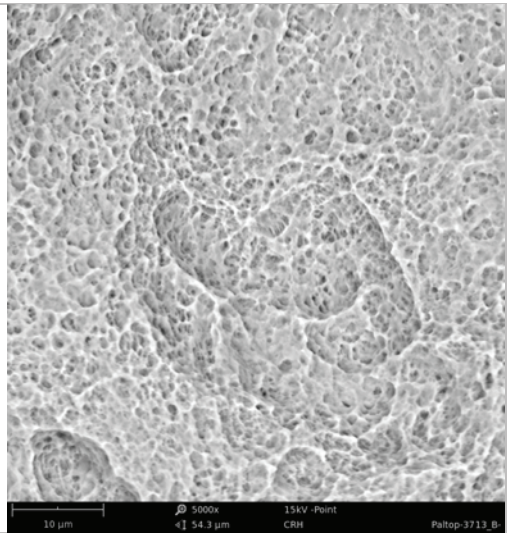
Увеличение 2.000x



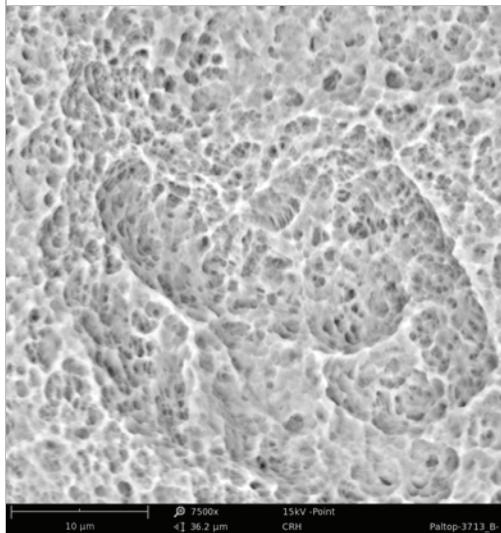
## Контрастные снимки микрофотографии тела имплантата (продолжение)



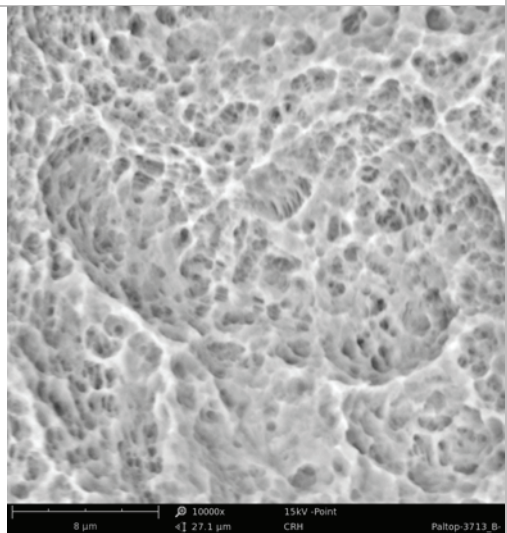
Увеличение 2.500x



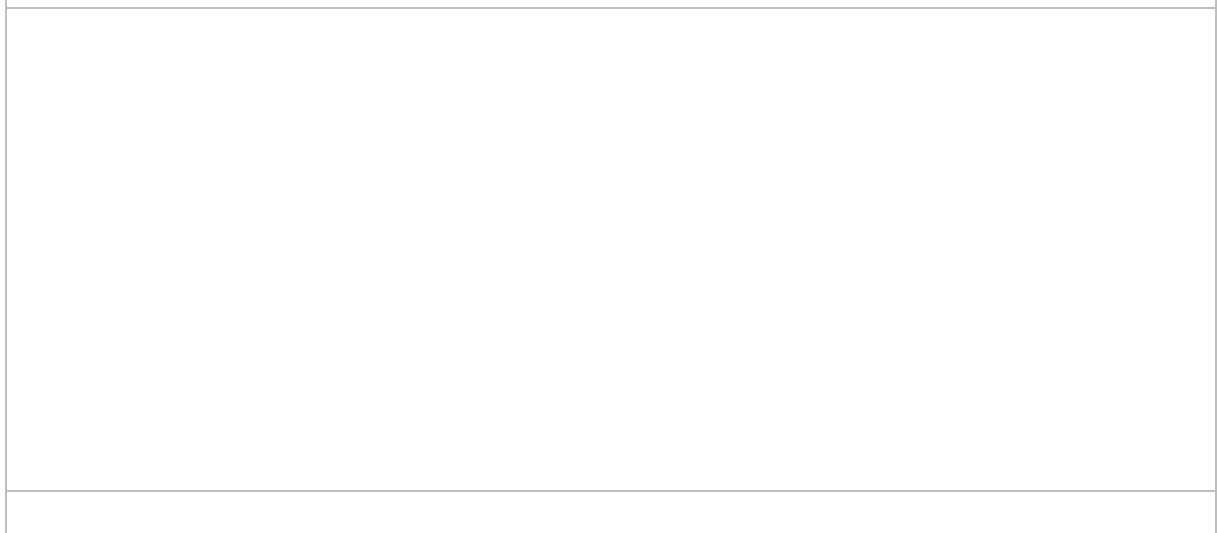
Увеличение 5.000x



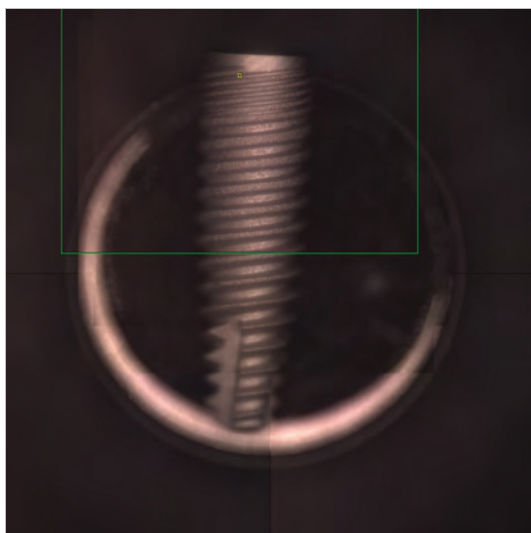
Увеличение 7.500x



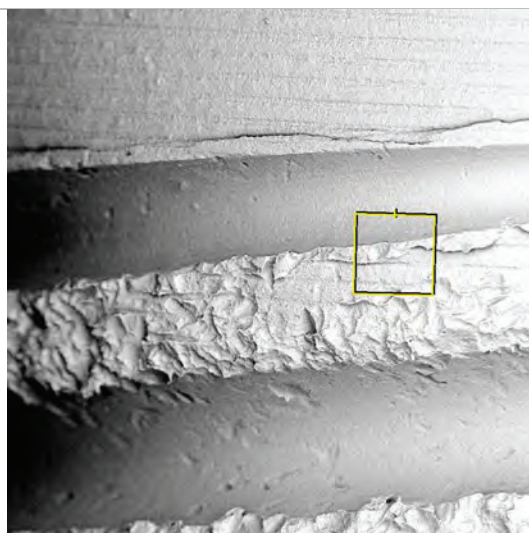
Увеличение 10.000x



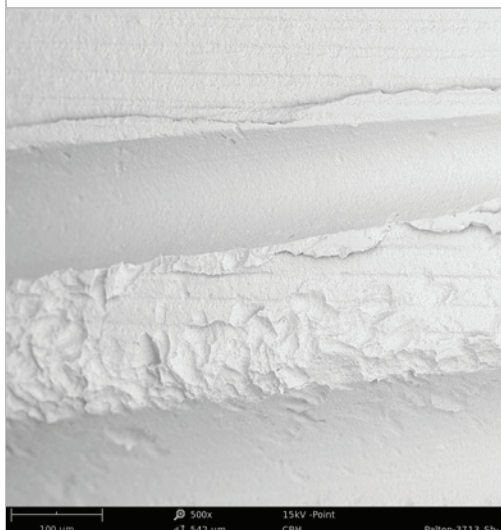
### 3.4 Контрастные снимки микрофотографии плеча имплантата



Снимок с оптической камеры микроскопа



Исследуемый участок



Увеличение 500x



Увеличение 1.000x



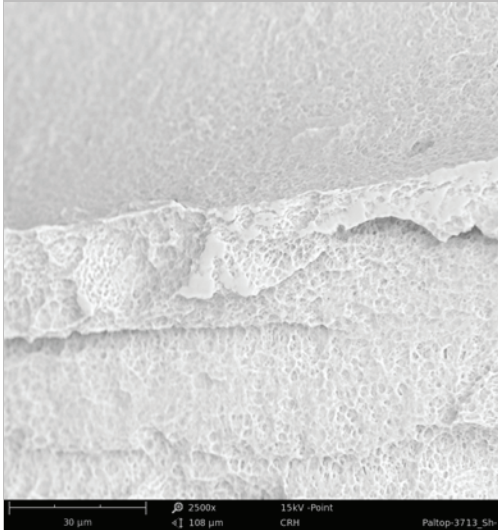
Увеличение 1.500x



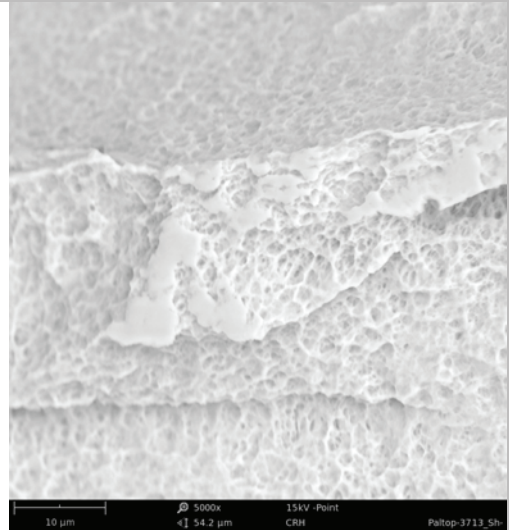
Увеличение 2.000x



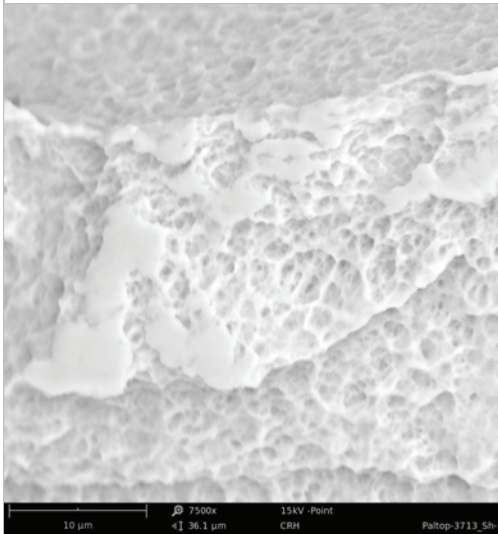
## Контрастные снимки микрофотографии плеча имплантата (продолжение)



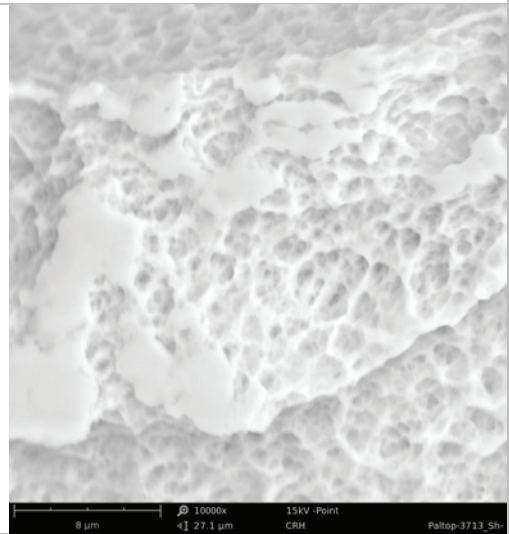
Увеличение 2.500x



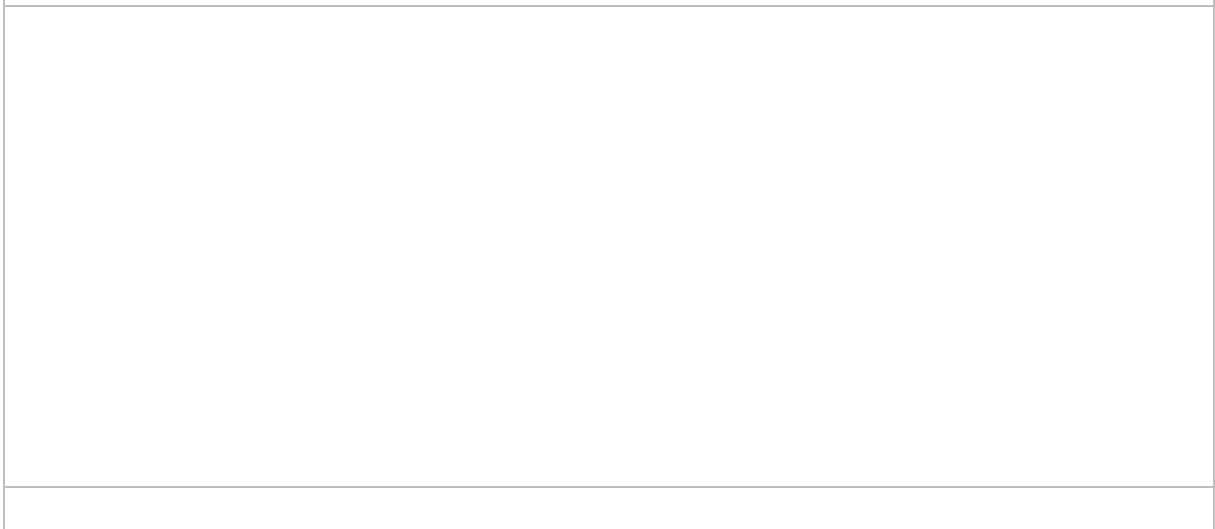
Увеличение 5.000x



Увеличение 7.500x

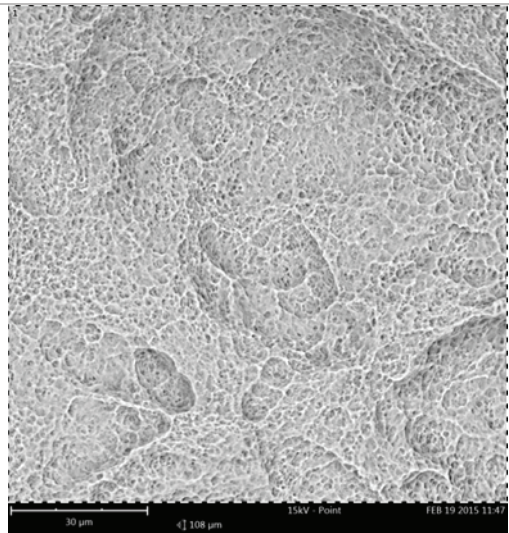
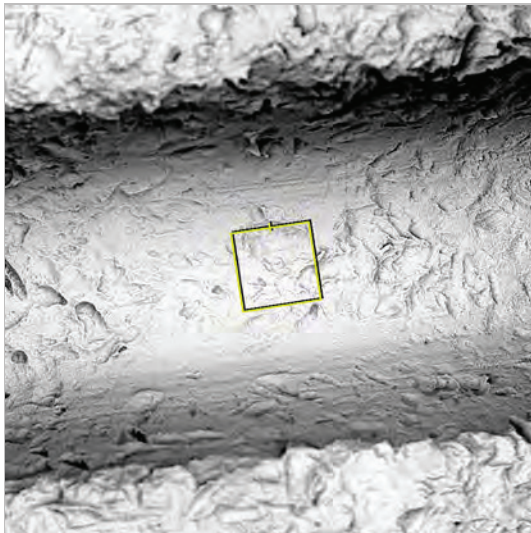


Увеличение 10.000x





### 3.6 EDX-анализ поверхности

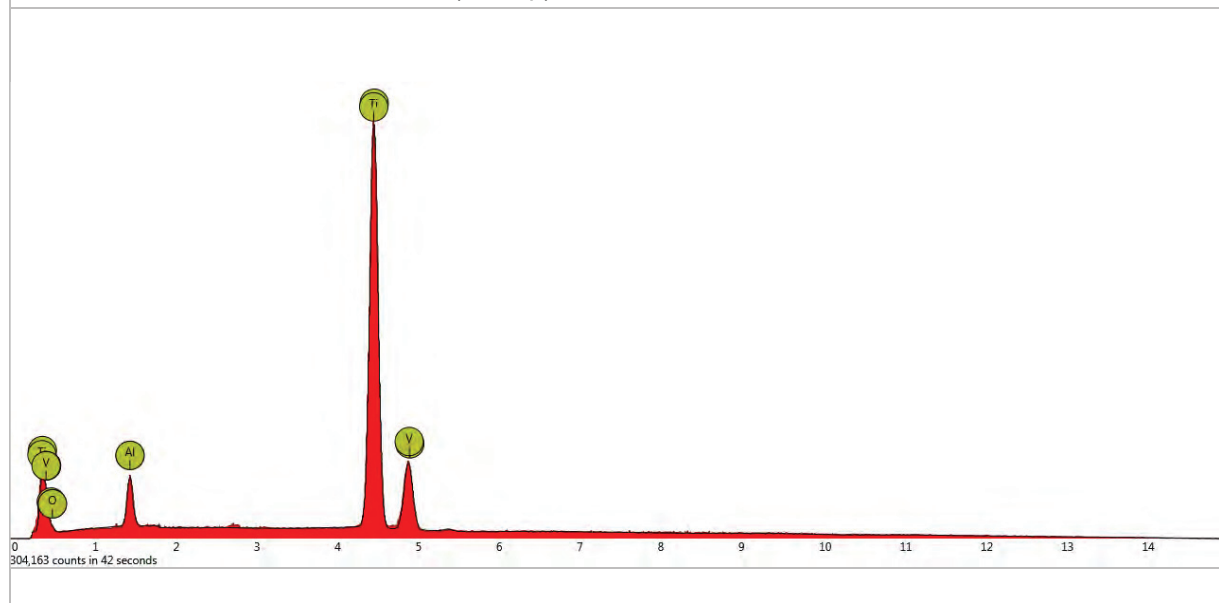


Исследуемый участок

Увеличение 2.500x

Соотношение хим. элементов	Точность определения
Ti 65.6 %	1.00
O 24.4 %	0.96
Al 7.3 %	0.99
V 2.7 %	0.96

#### Качественный элементный анализ (спектр)



## 4 Краткие сведения об исследовании

<b>Компания-производитель:</b>	<b>PALTOP Advanced Dental Solutions LTD.</b>
<b>Образец для исследования:</b>	Advanced Dental Implant LOT WO-002483 Дата окончания срока хранения: 2019-02-15
<b>Название:</b>	Исследование имплантатов 2014/2015 Качественный и количественный элементный анализ поверхности имплантатов методами SEM и EDX
<b>Исследователь:</b>	Dr. Dirk U. Duddeck (доктор Дирк У. Дуддек)
<b>Место проведения:</b>	Амбулаторное междисциплинарное отделение хирургии полости рта и имплантологии кафедры челюстно-лицевой и пластической хирургии Кельнского университета
<b>Исследование проведено:</b>	dedeMED - Берлинский институт исследования медицинских материалов
<b>Даты проведения:</b>	Сентябрь 2014 – Март 2015
<b>Методы:</b>	Растровый электронный микроскоп Phenom proX с высокочувствительным детектором для регистрации обратного рассеяния электронов (в композиционном и топографическом режимах). Параметры модуля EDX: Тип детектора: полупроводниковая дрейфовая камера (SDD) с термоэлектрическим охлаждением (без LN <sub>2</sub> ) Активная зона детектора: 25 мм <sup>2</sup> Окно для рентгеновских лучей: сверхтонкий нитрид кремния (Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> ) - позволяет определять присутствие химических элементов от C до Am Энергетическая разрешающая способность Mn Kα ≤ 140 эВ Максимальное число регистраций в секунду: 300 000
<b>Выводы:</b>	Имплантат, предоставленный для анализа компанией PALTOP Advanced Dental Solutions LTD имеет высокую точность внешней геометрии. Его поверхность обладает высокой степенью гомогенности и не имеет признаков органических и неорганических загрязнений, что говорит о строгом контроле производственных процессов.

## 5 Подпись координатора исследования

**НАЗВАНИЕ:** Исследование имплантатов 2014/2015: Качественный и количественный элементный анализ поверхности имплантатов методами SEM и EDX

**АВТОР:** Dr. Dirk U. Duddeck  
Амбулаторное междисциплинарное отделение хирургии полости рта и имплантологии кафедры челюстно-лицевой и пластической хирургии Кельнского университета  
Руководитель: Prof. Dr. Dr. Joachim E. Zöller  
Адрес: Kerpener Str. 62, D 50937 Köln, Germany  
eMail: duddeck@dedemed.de

*Я ознакомился с данным исследованием и подтверждаю достоверность описания его методов и результатов.*

Dr. Dirk U. Duddeck

2 марта 2015 г.

