



ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК
C22C 1/08 (2019.02); *A61L 27/56* (2019.02)

(21)(22) Заявка: 2018101750, 24.11.2017

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
24.11.2017

Дата регистрации:
04.09.2019

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 24.11.2017

(43) Дата публикации заявки: 18.07.2019 Бюл. № 20

(45) Опубликовано: 04.09.2019 Бюл. № 25

(85) Дата начала рассмотрения заявки РСТ на
национальной фазе: 17.01.2018

(86) Заявка РСТ:
RU 2017/000878 (24.11.2017)

Адрес для переписки:
119180, Москва, Старомонетный переулок, 26,
АО "Наука и инновации", для Левицкой Е.В.

(72) Автор(ы):

Логинов Юрий Николаевич (RU),
Беликов Сергей Владимирович (RU),
Степанов Степан Игоревич (RU)

(73) Патентообладатель(и):

Акционерное общество "Наука и инновации"
(RU)

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2589510 C2, 10.07.2016. RU
2353474 C2, 27.04.2009. RU 2623566 C1,
27.06.2017. US 20130011691 A1, 10.01.2013. CA
2438801 A1, 29.08.2002. GB 2012309 A, 25.07.1979.

(54) СПОСОБ ОБРАБОТКИ ПОРИСТЫХ ИМПЛАНТАТОВ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

(57) Реферат:

Изобретение относится к изготовлению пористых материалов, в частности имплантатов, предпочтительно из титановых сплавов. Способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов включает подготовку модели ячеистых структур и изготовление ячеистой структуры при воздействии на плавкий материал источником энергии. После изготовления ячеистой структуры ее поры

заполняют жидкой средой, охлаждают до температуры ниже температуры фазового перехода среды из жидкого состояния в твердое и подвергают пластической деформации. Затем нагревают до температуры фазового перехода среды из твердого состояния в жидкое и удаляют жидкую среду из пор ячеистой структуры. Обеспечивается повышение прочностных свойств имплантата. 3 з.п. ф-лы, 4 ил., 4 пр.

RU 2 699 337 C 2

RU 2 699 337 C 2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
C22C 1/08 (2019.02); *A61L 27/56* (2019.02)

(21)(22) Application: **2018101750, 24.11.2017**

(24) Effective date for property rights:
24.11.2017

Registration date:
04.09.2019

Priority:

(22) Date of filing: **24.11.2017**

(43) Application published: **18.07.2019** Bull. № 20

(45) Date of publication: **04.09.2019** Bull. № 25

(85) Commencement of national phase: **17.01.2018**

(86) PCT application:
RU 2017/000878 (24.11.2017)

Mail address:

**119180, Moskva, Staromonetnyj pereulok, 26, AO
"Nauka i innovatsii", dlya Levitskoj E.V.**

(72) Inventor(s):

**Loginov Yuriy Nikolaevich (RU),
Belikov Sergej Vladimirovich (RU),
Stepanov Stepan Igorevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Aksionernoe obshchestvo "Nauka i innovatsii"
(RU)**

(54) **METHOD OF PROCESSING POROUS IMPLANTS BASED ON METAL MATERIALS**

(57) Abstract:

FIELD: manufacturing technology.

SUBSTANCE: invention relates to production of porous materials, particularly implants, preferably of titanium alloys. Method of treating porous implants based on metal materials involves preparing a model of cellular structures and fabricating a cellular structure when exposed to fusible material by an energy source. After fabrication of cellular structure its pores are filled

with liquid medium, cooled down to temperature of phase transition of medium from liquid to solid state and subject to plastic deformation. Then it is heated to temperature of phase transition of medium from solid state into liquid medium and liquid medium is removed from pores of cellular structure.

EFFECT: higher strength properties of the implant.
4 cl, 4 dwg, 4 ex

C 2
7
3
3
3
6
9
9
2
R U

R U
2
6
9
9
3
3
7
C 2

Предлагаемое изобретение относится к области аддитивных технологий, применяемых для изготовления имплантатов, предпочтительно, из титановых сплавов.

Имплантаты предпочтительно изготавливают из пористых материалов. Наличие пор в материале позволяет решить несколько задач:

1. обеспечить меньшую массу имплантата;
2. снизить модуль упругости, за счет чего повышается эластичность конструкции имплантата;
3. обеспечить возможность соединения с живыми тканями организма за счет прорастания их через поровое пространство.

В медицинской практике применения имплантатов чаще всего используют титановые сплавы, как коррозионностойкие материалы, не отторгаемые организмом человека. Так, патентом RU 2397735 [1] и аналогичным патентом WO 2006/089792 [2] предложен способ изготовления медицинского имплантата, включающий прецизионное литье бета-титанового сплава. Применение бета-титанового сплава мотивировано возможностью понижения модуля упругости материала по отношению к альфа+бета титановым сплавам. Недостатком способа является получение беспористого материала, поэтому понижение модуля упругости не является значительным.

Известен также способ изготовления металлического компонента по патенту RU 2574536 [3], включающий последовательное наращивание детали из металлического базового компонента с помощью метода аддитивного изготовления путем сканирования энергетического луча, при этом применяют или селективное лазерное плавление (SLM) или селективное лазерное спекание (SLS) или электронно-лучевое плавление (EBM). Поскольку целью изобретения являлось достижение максимальной прочности, то детали этим методом получаются беспористыми, что является недостатком с позиции получения имплантатов.

В соответствии с патентом RU 2320741 [4] пористый материал на основе никелида титана получают методом самораспространяющегося высокотемпературного синтеза из шихты, формуемой в цилиндрическом контейнере. Недостатком способа является неравномерное распределение пористости по объему имплантата по причине того, что процесс самораспространяющегося высокотемпературного синтеза не является полностью управляемым, он не позволяет создать строгую архитектуру материала.

Прочностные свойства материалов часто оценивают условным пределом текучести $\sigma_{0,2}$, как механическим напряжением, при котором остаточная пластическая деформация образца при линейном напряженном состоянии составляет 0,2%. Следует отметить, что условный предел текучести является функцией степени деформации, т.е. при нагартовке величина $\sigma_{0,2}$ возрастает.

Если имплантат изготавливается из технически чистого титана, то уравнение, описывающее упрочнение металла, выглядит следующим образом:

$$\sigma_{0,2} = 500 + 67 \cdot \varepsilon^{0,36}, \quad (1)$$

где ε - относительная деформация, выраженная в процентах.

Из формулы (1) следует, что в состоянии после воздействия на плавкий материал (титан) источником энергии материал имплантата не нагартован ($\varepsilon=0$) и поэтому характеризуется условным пределом текучести 500 МПа. В соответствии с формулой (1) воздействуя на материал пластической деформацией можно добиться увеличения прочности материала.

Сам прием упрочнения материала пластической деформацией получил широкое распространение. Причем в последнее время создается все больше технических решений,

направленных на создание способов интенсивной, т.е. очень большой пластической деформации [5-7], в том числе, например, на исследование и усовершенствование равноканального углового прессования [8, 9]. Однако большая часть этих технических решений не может быть применена к имплантатам, поскольку они обладают слишком ажурной архитектурой, которая под воздействием больших пластических деформаций разрушается. Кроме того, при наложении чрезмерно высоких сжимающих средних напряжений структура пористого тела деформируется с уплотнением, чего желательно не допускать, поскольку теряется одно из преимуществ материала: повышенная пористость. Интенсивность процесса закрытия пор зависит от схемы напряженно-деформированного состояния [10, 11].

В качестве прототипа выбран способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов, описанный в патенте RU 2589510 [12] и аналогичном патенте [13]. Способ включает подготовку модели ячеистых структур и изготовление ячеистой структуры при воздействии на плавкий материал источником энергии. Ячеистая структура образована изогнутыми ветвями, образующими ячейки при размере их размере 0,01...2000 мкм. В том числе рассмотрен вариант источника энергии такой как лазерный луч, расплавляющий порошок с целью послойного построения структуры в соответствии моделью, выбранной в базе данных компьютера. Сам материал может представлять собой металл или сплав, в том числе титан или титановый сплав.

Недостатком способа по прототипу является низкий уровень прочностных свойств материала. Действительно, металл, полученный из расплава обладает свойствами отожженного материала, в случае применения титана предел текучести оказывается на уровне 500 МПа, что следует, в частности, из формулы (1).

Предлагаемое изобретение направлено на достижение технического результата, заключающегося в повышении прочностных свойств имплантата.

Предлагаемый способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов включает подготовку модели ячеистой структуры и изготовление ячеистой структуры при воздействии на плавкий материал источником энергии, при этом после изготовления ячеистой структуры ее погружают в жидкую среду, охлаждают до температуры ниже температуры фазового перехода среды из жидкого состояния в твердое и осуществляют пластическую деформацию, после чего проводят нагрев до температуры фазового перехода среды из твердого состояния в жидкое и удаляют жидкую среду из пор ячеистой структуры.

При подстановке в формулу (1) значения деформации 50% получим условный предел текучести 774 МПа, что на 54% выше начального значения. Вместе с тем, при осуществлении пластической деформации возникает следующая проблема. При наличии внутри материала ячеистых структур передача давления от деформирующего инструмента может осуществляться неравномерно. В режим пластической деформации попадают элементы структуры, где механические напряжения оказываются высокими. Это области, где передача давления осуществляется через тонкие перегородки. Остальные элементы пластически не деформируются, а поэтому и не упрочняются. Предложенная прототипом ячеистая структура, в виде изогнутых ветвей, образующих ячейки для равномерной передачи давления не пригодна. Следовательно, необходима такая схема напряженного состояния для пористой среды, в которой передача давления осуществляется равномерно.

Поэтому предлагается разместить в ячейках дополнительную среду с малым коэффициентом сжимаемости. В такой схеме нагружения передача давления происходит не только через перегородки между ячейками, но и через среду. Прием использования

среды в жидком состоянии позволяет произвести заполнение ячеек пористой структуры. Прием перевода среды в твердое состояние позволяет создать условия для невытекания этой среды из порового пространства. Твердофазное состояние среды позволяет создать внутреннее давление в ячейках, за счет чего напряженное состояние приближается к всестороннему сжатию, что повышает пластичность металла. Дополнительный эффект возникает вследствие того, внутри ячейки оказывается не газовая среда, обладающая существенной сжимаемостью и из-за этого не передающая давления, а несжимаемая твердая среда, передающая это давление. В результате деформация распространяется по телу материала более равномерно.

В качестве жидкой среды можно использовать воду, как вещество, имеющее фазовый переход из жидкого состояния в твердое при умеренной температуре 0°C.

В качестве жидкой среды можно использовать расплав биосовместимых солей. При этом температура перехода этого расплава из твердого состояния в жидкое не должна быть выше температуры рекристаллизации металлического материала, чтобы не произошло разупрочнение этого материала при операции расплавления биосовместимых солей для их удаления из ячеистой структуры.

В качестве жидкой среды можно использовать расплав биосовместимых металлов или сплавов как веществ, обладающих достаточным уровнем пластических свойств.

При указанном воздействии пластические деформации оказываются постоянными по высоте деформируемого тела. Материал получает одинаковый уровень пластической деформации, следовательно, уровень механических свойств повышается, а сами свойства оказываются однородными. Возможность деформации осадкой без разрушения пористых структур из титана показана в источнике [14].

На фиг. 1 показана структура имплантата, имеющего в сечении ячейки круглой формы, заполненные веществом, имеющим фазовый переход из жидкого состояния в твердое при температуре ниже такого перехода. На фиг. 2 показана форма ячеек после пластической деформации осадкой. На фиг. 3 показана форма ячеек после проведения кантовки на 90° и повторной осадки. На фиг. 4 показана форма ячеек после проведения еще одной кантовки на 90° и осадки.

Пример 1. Осуществляют подготовку модели ячеистых структур и изготавливают ячеистую структуру при воздействии на плавкий материал, источником энергии. В качестве плавкого материала используют титан. Ячеистую структуру изготавливают с открытой пористостью, например, с формой пор в сечении в виде окружностей 1 (фиг. 1), разделенных перемычками 2. Ячеистую структуру погружают в жидкую среду, например, воду, охлаждают до температуры ниже температуры фазового перехода среды из жидкого состояния в твердое состояние, т.е. ниже 0°C. В результате вода застывает и не может покинуть поры при извлечении заготовки из жидкой среды. Ячеистую структуру подвергают пластической деформации осадкой, что показано на фиг. 2 воздействием силы P_1 на торец структуры. В результате высота структуры уменьшается. Увеличение ширины структуры происходит за счет того, что в целом структура при наличии среды в порах представляет собой несжимаемый материал. Кроме того, наличие среды в порах позволяет создать противодействие со стороны пространства ячеек, что повышает пластичность металла. Если этот металл представляет собой титан, то в соответствии с формулой (1) при $\epsilon=20\%$ получим условный предел текучести после операции $\sigma_{0,2}=500+67*20^{0,36}=697$ МПа. Тем самым достигнуто упрочнение материала на $100*(697-500)/500=39\%$. После проведения операции упрочнения ячеистую структуру нагревают до температуры фазового перехода среды

из твердого состояния в жидкое состояние, например, для воды выше 0°C и удаляют жидкую среду.

Пример 2. Достигнутое в условиях примера 1 упрочнение может быть увеличено за счет повторения операции осадки. Однако выполнять осадку в том же направлении нежелательно, поскольку форма заготовки будет существенно изменена, а профиль ячеек сильно вытянется в одном предпочтительном направлении и это приведет к повышенной анизотропии свойств. Поэтому заготовку при наличии в ячейках твердой среды кантуют на 90°C (фиг. 3) и осаживают в направлении действия силы P_2 . В результате создается возможность вернуться к первоначальной форме пор (фиг. 4), которая обеспечивала макроизотропность материала в целом. Основываясь на расчете по формуле (1), можно показать дальнейшее увеличение прочностных свойств материала.

Пример 3. В качестве жидкой среды можно использовать расплав биосовместимых солей, имеющий температуру перехода из твердого состояния в жидкое не выше температуры рекристаллизации металлического материала. Желательно применять именно биосовместимые соли, не оказывающие вредного действия на организм человека, в случае, если их не удастся удалить из имплантата полностью. Одним из наиболее хорошо совместимым с организмом человека является хлорид натрия, с температурой фазового перехода из жидкого состояния в твердое: 801°C . При температуре выше обозначенной возможно насыщение ячеистой структуры расплавом. При пониженной температуре расплав в ячейках переходит в твердое состояние и способен передавать давление. При дальнейшем повышении температуры соль в виде жидкости можно удалить из ячеистой структуры. Для снижения температуры плавления солевого материала возможно смешивание хлорида натрия с другими хлоридами с созданием эвтектических соединений. Например, для соединения хлорида натрия и хлорида магния, также биосовместимой солью, удастся снизить температуру фазового перехода до 420°C .

Пример 4. В качестве жидкой среды можно использовать расплав металлов или сплавов из числа биосовместимых материалов. В качестве такого биосовместимого металла может быть применен цинк, имеющий невысокую температуру плавления 420°C .

Таким образом здесь показано достижение технического результата, заключающегося в повышении прочностных свойств материала имплантата при использовании приемов, указанных в формуле изобретения.

(57) Формула изобретения

1. Способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов, включающий подготовку модели ячеистой структуры и изготовление ячеистой структуры при воздействии на плавкий материал источником энергии, отличающийся тем, что после изготовления ячеистой структуры ее поры заполняют жидкой средой, охлаждают до температуры ниже температуры фазового перехода среды из жидкого состояния в твердое и осуществляют пластическую деформацию, после чего проводят нагрев до температуры фазового перехода среды из твердого состояния в жидкое и удаляют жидкую среду из пор ячеистой структуры.

2. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве жидкой среды используют воду.

3. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве жидкой среды используют расплав биосовместимых солей, имеющий температуру перехода из твердого состояния в жидкое не выше температуры рекристаллизации металлического материала.

4. Способ по п. 1, отличающийся тем, что в качестве жидкой среды используют

расплав биосовместимых металлов или сплавов.

5

10

15

20

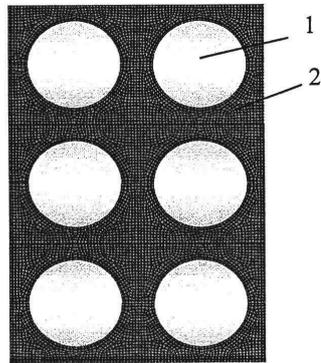
25

30

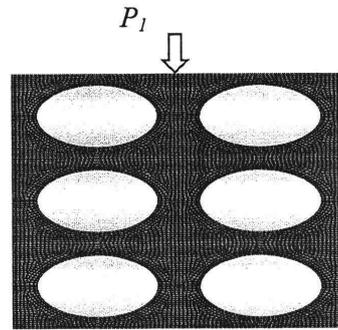
35

40

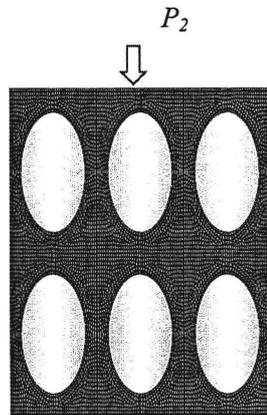
45



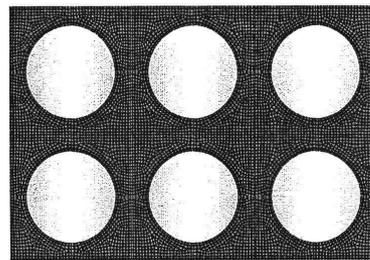
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4