

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(21) **201800025** (13) **A1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2019.05.31

(51) Int. Cl. **C22C 1/08** (2006.01)
A61L 27/56 (2006.01)

(22) Дата подачи заявки
2017.11.24

**(54) СПОСОБ ОБРАБОТКИ ПОРИСТЫХ ИМПЛАНТАТОВ НА ОСНОВЕ
МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ**

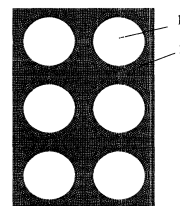
(86) **PCT/RU2017/000878**

(71) Заявитель:
**АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО
"НАУКА И ИННОВАЦИИ" (RU)**

(72) Изобретатель:
**Логинов Юрий Николаевич, Беликов
Сергей Владимирович, Степанов
Степан Игоревич (RU)**

(74) Представитель:
Черных И.В. (RU)

(57) Предлагаемое изобретение относится к области аддитивных технологий, применяемых для изготовления 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, отличающийся тем, что после изготовления ячеистой структуры ее погружают в жидкую среду, охлаждают до температуры ниже температуры фазового перехода среды из жидкого состояния в твердое состояние, подвергают пластической деформации, после чего нагревают до температуры фазового перехода среды из твердого состояния в жидкое состояние и удаляют жидкую среду. В качестве жидкой среды используют воду, либо расплав солей, имеющий температуру перехода из твердого состояния в жидкое не выше температуры рекристаллизации металлического материала, либо расплав металла или сплава. Технический результат заключается в повышении прочностных свойств имплантата.



A1

201800025

201800025

A1

СПОСОБ ОБРАБОТКИ ПОРИСТЫХ ИМПЛАНТАТОВ НА ОСНОВЕ МЕТАЛЛИЧЕСКИХ МАТЕРИАЛОВ

Предлагаемое изобретение относится к области аддитивных технологий,
5 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
10 имплантата;
3. обеспечить возможность соединения с живыми тканями организма за счет
прораствания их через поровое пространство.

В медицинской практике применения имплантатов чаще всего используют
титановые сплавы, как коррозионностойкие материалы, не отторгаемые организмом
15 человека. Так, патентом RU2397735 [1] и аналогичным патентом WO2006/089792 [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,
20 поэтому понижение модуля упругости не является значительным.

Известен также способ изготовления металлического компонента по патенту
RU2574536 [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)
25 или селективное лазерное спекание (SLS) или электронно-лучевое плавление (EBM).
Поскольку целью изобретения являлось достижение максимальной прочности, то детали
этим методом получают беспористыми, что является недостатком с позиции получения
имплантатов.

В соответствии с патентом RU2320741[4] пористый материал на основе никелида
30 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 RU2589510 [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.

5 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.

10 Предлагаемый способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов включает подготовку модели ячеистых структур и изготовление ячеистой структуры при воздействии на плавкий материал источником энергии. Способ отличается тем, что после изготовления ячеистой структуры ее погружают в жидкую среду, охлаждающую до температуры ниже температуры фазового перехода среды из жидкого
15 состояния в твердое состояние, подвергают пластической деформации, после чего нагревают до температуры фазового перехода среды из твердого состояния в жидкое состояние и удаляют жидкую среду.

При подстановке в формулу (1) значения деформации 50 % получим условный предел текучести 774 МПа, что на 54 % выше начального значения. Вместе с тем, при
20 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
25 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
30 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 не вытекания 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 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 солей для их удаления из ячеистой структуры.

В качестве жидкой среды можно использовать расплав металла или сплава как вещества, обладающего 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
5 создать противодействие со стороны пространства ячеек, что повышает пластичность металла. Если этот металл представляет собой титан, то в соответствии с формулой (1) при $\varepsilon = 20\%$ получим условный предел текучести после операции $\sigma_{0,2} = 500 + 67 \cdot 20^{0,36} = 697$ МПа. Тем самым достигнуто упрочнение материала на $100 \cdot (697 - 500) / 500 = 39\%$. После проведения операции упрочнения ячеистую структуру нагревают до температуры
10 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
15 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
20 показать дальнейшее увеличение прочностных свойств материала.

Пример 3. В качестве жидкой среды можно использовать расплав солей, имеющий температуру перехода из твердого состояния в жидкое не выше температуры рекристаллизации металлического материала. Желательно применять соли, не оказывающие вредного действия на организм человека, в случае, если их не удастся
25 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
30 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 металла или сплава из числа биосовместимых материалов. В качестве такого металла может быть применен цинк, имеющий невысокую температуру плавления 420 °С.

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

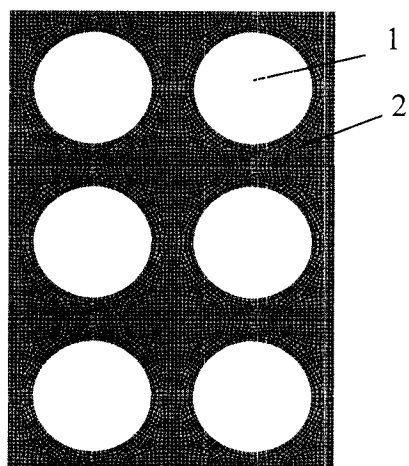
Формула изобретения

1. Способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов, включающий подготовку модели ячеистых структур и изготовление ячеистой структуры при воздействии на плавкий материал источником энергии, отличающийся тем, что после изготовления ячеистой структуры ее погружают в жидкую среду, охлаждают до температуры ниже температуры фазового перехода среды из жидкого состояния в твердое состояние, подвергают пластической деформации, после чего нагревают до температуры фазового перехода среды из твердого состояния в жидкое состояние и удаляют жидкую среду.

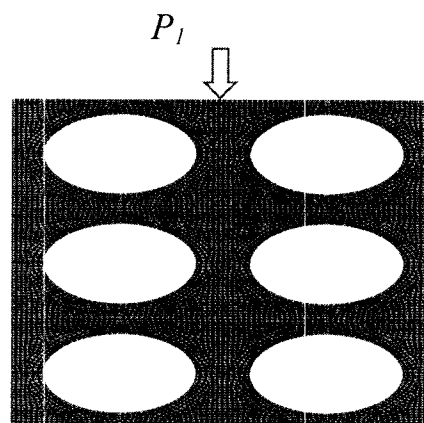
2. Способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов по п.1, отличающийся тем, что в качестве жидкой среды используют воду.

3. Способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов по п.1, отличающийся тем, что в качестве жидкой среды используют расплав солей, имеющий температуру перехода из твердого состояния в жидкое не выше температуры рекристаллизации металлического материала.

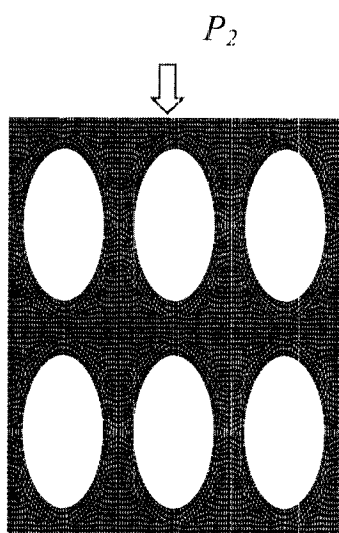
4. Способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов по п.1, отличающийся тем, что в качестве жидкой среды используют расплав металла или сплав



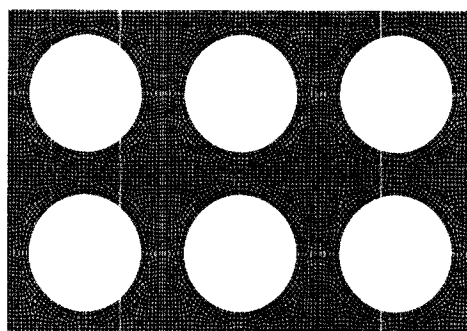
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4

ЕВРАЗИЙСКОЕ ПАТЕНТНОЕ ВЕДОМСТВО

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ
ПОИСКЕ(статья 15(3) ЕАПК и правило 42
Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

201800025

Дата подачи: 24 ноября 2017 (24.11.2017) Дата испрашиваемого приоритета:

Название изобретения: Способ обработки пористых имплантатов на основе металлических материалов

Заявитель: АКЦИОНЕРНОЕ ОБЩЕСТВО "НАУКА И ИННОВАЦИИ"

☐ Некоторые пункты формулы не подлежат поиску (см. раздел I дополнительного листа)☐ Единство изобретения не соблюдено (см. раздел II дополнительного листа)

А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:

МПК: C22C 1/08 (2006.01)
A61L 27/56 (2006.01)СПК: C22C 1/08 (2013-01)
A61L 27/56 (2013-01)

Согласно Международной патентной классификации (МПК) или национальной классификации и МПК

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

Минимум просмотренной документации (система классификации и индексы МПК)

C22C 1/08, B22F 3/10, 3/11, 3/26, A61F 2/00, 2/02, 2/44, A61L 27/00, 27/50, 27/56

Другая проверенная документация в той мере, в какой она включена в область поиска:

В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	WO 2011/022560 A1 (SMITH & NEPHEW, INC., et al) 24.02.2011	1-4
A	RU 2353474 C2 (РОССИЙСКИЙ ХИМИКО-ТЕХНОЛОГИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМ. Д.И. МЕНДЕЛЕЕВА) 27.04.2009	1-4
A	RU 2623566 C1 (РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ, ОТ ИМЕНИ КОТОРОЙ ВЫСТУПАЕТ ГОСУДАРСТВЕННАЯ КОРПОРАЦИЯ ПО АТОМНОЙ ЭНЕРГЕТИИ "РОСАТОМ") 27.06.2017	1-4
A	US 2013/0011691 A1 (JIANMING RUAN et al.) 10.01.2013	1-4
A	CA 2438801 A1 (ISOTIS N.V.) 29.08.2002	1-4
A	GB 2012309 A (THE CARBORUNDUM COMPANY) 25.07.1979	1-4

☐ последующие документы указаны в продолжении графы В☐ данные о патентах-аналогах указаны в приложении

* Особые категории ссылочных документов:

"А" документ, определяющий общий уровень техники

"Е" более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

"О" документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"Р" документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета

"D" документ, приведенный в евразийской заявке

"Т" более поздний документ, опубликованный после даты

приоритета и приведенный для понимания изобретения

"Х" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

"У" документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

"&" документ, являющийся патентом-аналогом

"L" документ, приведенный в других целях

Дата действительного завершения патентного поиска: 15 января 2019 (15.01.2019)

Наименование и адрес Международного поискового органа:

Уполномоченное лицо:

Федеральный институт

промышленной собственности

РФ, 125993, Москва, Г-59, ГСП-3, Бережковская наб.,

д. 30-1. Факс: (499) 243-3337, телетайп: 114818 ПОДАЧА

Телефон № (499) 240-25-91

О.С. Макарова