



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **72067** (13) **U**  
(51) МПК (2012.01)  
**A61L 27/00**  
**B22F 7/00**

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ  
УКРАЇНИ

**(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ**

<b>(21)</b> Номер заявки: <b>u 2011 14889</b>	<b>(72)</b> Винахідник(и): <b>Бошицька Наталія Віталіївна (UA),</b> <b>Подчерняєва Ірина Олександрівна (UA),</b> <b>Панасюк Алла Денисівна (UA)</b>
<b>(22)</b> Дата подання заявки: <b>15.12.2011</b>	
<b>(24)</b> Дата, з якої є чинними права на корисну модель: <b>10.08.2012</b>	<b>(73)</b> Власник(и): <b>ІНСТИТУТ ПРОБЛЕМ</b> <b>МАТЕРІАЛОЗНАВСТВА ІМ. І.М.</b> <b>ФРАНЦЕВИЧА НАН УКРАЇНИ,</b> вул. Кржижанівського, 3, м. Київ-142, 03680, Україна (UA)
<b>(46)</b> Публікація відомостей про видачу патенту: <b>10.08.2012, Бюл.№ 15</b>	

**(54) СПОСІБ ОТРИМАННЯ ДВОШАРОВОГО БІОСУМІСНОГО ПОКРИТТЯ НА ТИТАНОВОМУ СТРИЖНІ**

**(57) Реферат:**

Спосіб отримання двошарового біосумісного покриття на титановому стрижні включає нанесення пошарового покриття. Здійснюють електроіскрове легування титанової поверхні з використанням електродів із інтерметаліду  $TiAl_3$  та наступне лазерне оплавлення обмазки з порошку гідроксипатиту.

**UA 72067 U**



Корисна модель належить до галузі матеріалознавства, а саме отримання композиційного матеріалу на основі титану з двошаровим біосумісним покриттям з високими адгезійними властивостями, що може бути використаний при виготовленні ортопедичних внутрішньокісткових імплантатів.

Відомий спосіб отримання покриття, що містить кальцій-фосфорні сполуки, на імплантаті з титану шляхом попередньої механічної та хімічної обробки поверхні титану з наступним нанесенням кальцій-фосфорного покриття шляхом мікродугового оксидування у водному розчині електроліту на основі ортофосфорної кислоти, гідроксиапатиту та карбонату кальцію: мас. %:  $\text{H}_3\text{PO}_4$  - 20,  $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$  - 6,  $\text{CaCO}_3$  - 9 [Патент Росії 2385740, МПК A61L27/54, A61F2/02, A61C8/00, "Биоактивное покрытие на имплантате из титана и способ его получения" публикация 20.12.2002].

Недоліком цього способу є необхідність попередньої складної механічної обробки та наступного хімічного травлення та відмивання поверхні титанового імплантату, а також складністю контролю за рівнем отримання необхідної шорсткості поверхні та хімічним складом покриття на титановому імплантаті.

Відомий спосіб нанесення кальцій-фосфатного покриття на титановий імплантат методом мікродугового оксидування в присутності біоактивної сполуки - гідроксиапатиту [Патент Росії 2194536, МПК A61L27/00, A61L6/093, "Способ формирования биоактивного покрытия на имплантате" публикация 20.12.2002].

Недоліком цього способу є утворення на поверхні титанового імплантату оксидної плівки товщиною до 15 мкм з частковим включенням гідроксиапатиту, що не забезпечує необхідної рівномірності та щільності отриманого покриття та його високої біосумісності.

Відомий спосіб отримання тришарового біосумісного покриття на металевий (титановий) імплантат, що складається: перший шар - з біоскла на основі фосфату кальцію з домішками оксидів металів, другий - суміш фосфату кальцію та гідроксиапатиту, проміжний - фосфат кальцію [патент России № 2025132, МПК A61F2/28 "Имплантат для замены костной ткани", публикация 30.12.1994].

Недоліком цього способу є використання багатокомпонентної системи покриттів ( $\text{CaP}$ -скло, гідроксиапатит кальцію, трикальційфосфат та домішки оксидів металів) з різними коефіцієнтами термічного розширення, що не сприяє міцному закріпленню шарів з металевою основою імплантату.

Найбільш близьким до способу, що заявляється, є спосіб нанесення на імплантати багатошарового біопокриття [Патент Росії 2146535, МПК A61L27/00, A61C8/00, "Способ изготовления внутрикостного стоматологического имплантата с плазмонапыленным многослойным биоактивным покрытием", Публ. 20.03.2000]. Суть способу полягає у тому, що методом плазмового напылення на титанову основу імплантату наносять систему покриттів різної дисперсності та товщини, що складаються з 5 шарів: перші два з титану та гідриду титану, наступні два шари з суміші титану або гідриду титану з гідроксиапатитом кальцію, що відрізняються вмістом компонентів у них, та останнього шару з гідроксиапатиту кальцію. Напылення проводять шарово при різних режимах, що забезпечують перехід від компактної структури титанової основи імплантату через багатошарову систему проміжного покриття до тонкого поверхневого шару, що складається з гідроксиапатиту.

Недоліками способу є принципово низька адгезійна міцність зчеплення покриття, нанесеного плазмовим методом, з титановою основою імплантату, що примушує авторів проводити складну обробку титанової поверхні та наносити складне багатошарове покриття для забезпечення необхідної адгезійної міцності зчеплення.

В основу корисної моделі поставлена задача отримання біосумісного двошарового покриття на титановому стержні з міцною адгезією між ними.

Поставлена задача досягається шляхом отримання на поверхні титанового стрижня двошарового покриття за технологією, що являє собою комбінацію електроіскрового легування титанової поверхні з використанням електродів із інтерметаліду  $\text{TiAl}_3$  та наступного лазерного оплавлення обмазки з порошку гідроксиапатиту.

Спосіб електроіскрового легування за рахунок температури 3000 К в електроіскровому розряді забезпечує сплавлення матеріалу електрода з матеріалом стрижня та високу адгезію отриманого покриття.

Суть корисної моделі полягає в тому, що для отримання двошарового біосумісного покриття на титановому стрижні застосовано комбінацію електроіскрового легування титанової поверхні в певному режимі з використанням електродів із інтерметаліду  $\text{TiAl}_3$  та наступного лазерного оплавлення обмазки з порошку гідроксиапатиту.

Для нанесення електроіскрового покриття на титановий стрижень як матеріал електрода використовують інтерметалід  $TiAl_3$  із застосуванням високочастотної плазми іскрового розряду з наступним нанесенням на отримане покриття обмазки гідроксиapatиту з питомою поверхнею 90  $m^2/g$  на базі рідкого скла та його лазерним оплавленням.

Отримані шари, а саме: 1 - електроіскровий інтерметалід  $TiAl_3$ , 2 - оплавлений лазером гідроксиapatит, мають високу адгезію між собою та титановою основою стрижня, що досягається за рахунок утворення на міжфазній поверхні покриття "електроіскровий інтерметалід - оплавлений лазером гідроксиapatит" алюматів кальцію системи  $Ca-Al-O$ , з широкою областю гомогенності та евтектик в системах:  $CaTiO_3$  та  $Al_2TiO_5$ ;  $CaTiO_3$ ,  $Al_2TiO_5$  та  $TiO_2$ .

Суть способу, що пропонується, відображають наступні приклади:

Приклад 1. Матеріал електрода отримують сплавленням  $TiAl_3$  при певному співвідношенні фаз у дуговій печі. Покриття наносять із використанням високочастотної плазми іскрового розряду в режимі: струм  $\sim 1A$ , енергія в імпульсі складає 0,08 Дж, частота імпульсів 1200 Гц. Термін нанесення складає 5 хв./ $cm^2$ .

Отримане покриття досліджують методом рентгенофазового та мікрорентгеноспектрального аналізів. Згідно з даними рентгенофазового аналізу отримане електроіскрове покриття являє собою суміш фаз  $TiAl$  +  $TiAl_3$ .

На отримане покриття з інтерметалідом наносять обмазку з гідроксиapatиту на базі рідкого скла. Питома поверхня порошку гідроксиapatиту складає 90  $m^2/g$ .

Приклад 2. Отриманий шар із гідроксиapatиту піддають лазерному оплавленню в імпульсному режимі з енергією імпульсу  $3 \cdot 10^3$  Вт/ $cm^2$  та частотою імпульсів  $10^{-3}$  сек.

Проводять мікрорентгеноспектральний аналіз розподілення елементів у поперечному перерізі отриманого покриття, що виявив наявність широкої дифузійної зони взаємодії на межі електроіскрового покриття та гідроксиapatиту, що свідчить про наявність високої адгезії за рахунок взаємного мас-перенесення елементів: Al в гідроксиapatит, Ca та P в електроіскрове покриття.

При цьому в поверхневому шарі покриття зберігається гідроксиapatит в повному обсязі, що забезпечує біосумісність отриманого покриття.

В таблиці наведені дані залежності складу компонентів та адгезії отриманих покриттів від методу нанесення покриттів.

Таблиця

№ шару покриття	Склад компонентів у шарах		Адгезія МПа	
	Прототип	Спосіб, що заявляється	Прототип	Спосіб, що заявляється
1	Титан	$TiAl+TiAl_3$	18	90
2	Титан	$TiAl+TiAl_3$ Гідроксиapatит	18	92
3	Титан-Гідроксиapatит		20	
4	Титан-Гідроксиapatит		21	
5	Гідроксиapatит		22	

Адгезія отриманих композиційних матеріалів на базі титану з двошаровим покриттям "електроіскровий інтерметалід - оплавлений лазером гідроксиapatит" перевищує адгезію прототипу а саме: адгезія в матеріалі, що заявляється, складає 90-92 МПа проти 22 МПа в матеріалі прототипу.

Таким чином, запропонований спосіб отримання двошарового покриття "електроіскровий інтерметалід - оплавлений лазером гідроксиapatит" на титановому стержні дозволяє забезпечити високу (90-92 МПа) адгезію між шарами та титановою основою матеріалу. Ця характеристика дозволяє значно поліпшити термін роботи імплантату, виготовленого з використанням запропонованої технології.

Заявлений матеріал використовували для виготовлення медичних імплантатів, а саме: ортопедичного, стоматологічного та іншого призначення.

## ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

- 5 Спосіб отримання двошарового біосумісного покриття на титановому стрижні, що включає нанесення пошарового покриття, який **відрізняється** тим, що здійснюють електроіскрове легування титанової поверхні з використанням електродів із інтерметаліду  $TiAl_3$  та наступне лазерне оплавлення обмазки з порошку гідроксиапатиту.

---

Комп'ютерна верстка А. Крижанівський

---

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

---

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601