



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **111942** (13) **U**
(51) МПК (2016.01)
C21D 1/09 (2006.01)
B23K 26/00

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

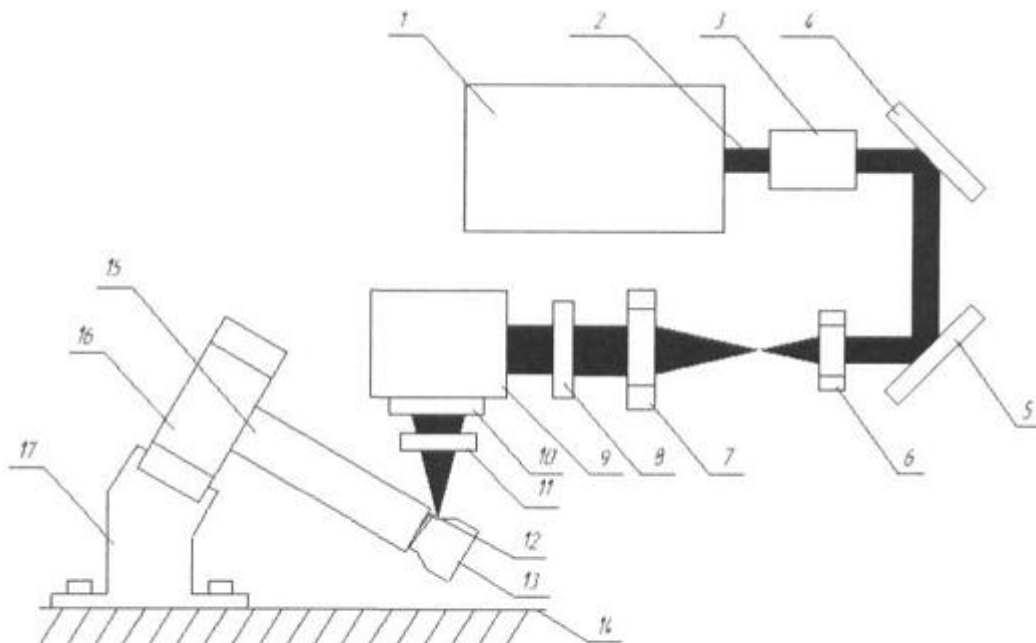
(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА КОРИСНУ МОДЕЛЬ

(21) Номер заявки:	u 2016 05975	(72) Винахідник(и):	Гніліцький Ярослав Миколайович (UA)
(22) Дата подання заявки:	02.06.2016	(73) Власник(и):	Гніліцький Ярослав Миколайович, вул. Коперника, 17, кв. 23, м. Київ, 04116 (UA)
(24) Дата, з якої є чинними права на корисну модель:	25.11.2016	(74) Представник:	Роголя Ольга Петрівна, реєстр. №233
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	25.11.2016, Бюл.№ 22		

(54) СПОСІБ МОДИФІКАЦІЇ ПОВЕРХНІ НАДШВИДКИМИ ЛАЗЕРНИМИ РЕГУЛЯРНИМИ ПЕРІОДИЧНИМИ СТРУКТУРАМИ НА БІОСУМІСНИХ МАТЕРІАЛАХ ДЛЯ МЕДИЧНИХ ІМПЛАНТІВ

(57) Реферат:

Спосіб модифікації поверхні надшвидкими лазерними регулярними періодичними структурами на біосумісних матеріалах для медичних імплантів ультракороткими лазерними імпульсами з надшвидким перебігом лазерного сканування. Створення таких високоякісних періодичних структур досягається за допомогою правильно підібраних лазерних параметрів. Висока продуктивність процесу сканування забезпечується за допомогою поєднання гальваносканера і 3-координатного рухомого столу з поступальним рухом, що рухається відносно гальваносканера.



Фиг. 1

UA 111942 U

Корисна модель належить до модифікації поверхонь біосумісних матеріалів під дією фемтосекундного лазера. Внаслідок такої модифікації на поверхні з'являються періодичні нано/мікроструктури, а також тонка плівка оксиду, яка з додаванням спеціальних біосумісних речовин значно підвищує остеointegraцію між імплантом і живою тканиною. Лазерне наноструктурування біосумісних металів і сплавів може застосовуватись для різноманітних типів медичних імплантів: зубних, тазобедрених, колінних чашечок та ін.

На сьогоднішній день однією із найболючіших проблем зубних імплантів є приживлення їх до живої тканини людини. За статистичними показниками ймовірність такого приживлення є приблизно 50 %. Одним із способів модифікації поверхні біосумісних матеріалів для покращення поглинальних та оптичних властивостей є лазерні індуковані періодичні поверхневі структури (скорочено - ЛІППС). Ці структури мають періодичний рельєф поверхні, їх орієнтація безпосередньо пов'язана з поляризацією світла лазера і вони можуть бути сформовані на поверхні різних матеріалів (металів, напівпровідників, діелектриків, полімерів).

Поверхневі періодичні структури утворюються в результаті інтерференції падаючої і розсіяної поверхневих електромагнітних хвиль (ПЕХ) з подальшим ефектом самоорганізації, які не призводять безпосередньо до регулярних періодичних структур.

Технічна задача, яка вирішується за допомогою цього патенту, полягає у забезпеченні умов для досягнення високоякісних періодичних структур та великої швидкості їх генерації. Додаткові технічні проблеми, які належить вирішити це: мінімізація негативного впливу процесів, що беруть участь у формуванні періодичної структури (термопластичні деформації, нетермічні плавлення) і виявлення механізмів абляції (розщеплення, фазового вибуху, кулонівського вибуху).

На даний момент лазерні індуковані періодичні поверхневі структури (ЛІППС) на металах страждають від нездатності утворення регулярних наноструктур та малої швидкості їх генерації. Це перешкоджає застосуванню лазерних індукованих періодичних поверхневих структур (ЛІППС) у медицині, зокрема у зубних, тазобедрених та колінних імплантах та ін.

Подібна робота по отриманню лазерних індукованих періодичних поверхневих структур (ЛІППС) описано в патенті US20140083984, Timothy Gerke (2014), "Formation of laser induced periodic surface structures (LIPSS) with picosecond pulses". Патент США присвячений генерації періодичних структур, який включає: сфокусований промінь пікосекундних лазерних імпульсів по поверхні матеріалу.

Суттєвою відмінністю тут є використання пікосекундних імпульсів, адже в цьому разі фізика утворення структур буде суттєво відрізнятися. На поверхні будуть утворюватись оплавлені зони, що є дуже небажаним явищем.

Основним недоліком є низька швидкість процесу, через що неможливо розглядати технологію для використання в промисловості.

Подібною роботою є патент US7875414, де розкритий спосіб періодичного формування структури на великій площі з одноосним лазерним променем. Метод використовує більші щільності енергії лазерного випромінювання, але настільки ж низькі, як і поріг абляції. Крім того, перекривання в скануванні встановлюється таким чином, що кількість лазерних імпульсів, що опромінюють в однаковому положенні на поверхні матеріалу знаходиться в діапазоні від 10 до 300.

Недоліками є нерегулярність періодичних структур та мала швидкість процесу.

Найбільш близьким до пропонованого є спосіб модифікації поверхні за допомогою лазерних індукованих періодичних поверхневих структур (ЛІППС) описана в патенті PCT/US2007/079897 (опублікованому WO2008097374, Guo and Vorobyev (2008), "Ultra-short duration laser methods for the nanostructuring of materials", Guo and Vorobyev, де автори демонструють утворення періодичних структур на поверхні металів для медичних імплантів, зміни оптичних властивостей та утворення гідрофобних поверхонь з ультракороткими імпульсами, використовуючи лазерну довжину хвилі 800 нм.

До недоліків патенту можна віднести низьку регулярність структур та наявність біфуркацій, що може призводити до різних поверхневих властивостей на окремих ділянках поверхні. Також основним недоліком є дуже мала швидкість сканування.

В основу корисної моделі поставлена технічна задача модифікації біосумісних металів і сплавів для покращення їх остеointegraції з живою тканиною, шляхом генерації лазерно-індукованих періодичних поверхневих структур (ЛІППС) та тонкої плівки оксиду на великій швидкості для впровадження в медицину, зокрема виготовлення різноманітних імплантів (зубних, тазобедрених і т. д.)

Поставлена технічна задача вирішується шляхом створення таких високоякісних періодичних структур, що досягається за допомогою правильно підібраних лазерних

параметрів. А ось висока продуктивність процесу сканування забезпечується за допомогою поєднання гальваносканера і 3-координатного рухомого столу, що в такій компоновці рухаються одночасно. Вектори їх рухів завжди знаходяться в перпендикулярній площині. При обробці круглих зразків використовується круговий моторизований стіл з додатковим оснащенням для фіксування зразка. Також внаслідок хімічних процесів на поверхні ЛІППС формується тонка оксидна плівка, що разом із спеціальних гелем створює захисний шар для клітин та сприяє їх росту і, як наслідок, пришвидшує остеоінтеграційні процеси.

Для надшвидкої генерації високоякісних періодичних поверхневих структур на біосумісних металах та сплавах, три умови повинні бути виконані одночасно:

1) Розмір освітленої області повинен бути меншим порівняно з трьома характерними довжинами затримки поверхневих електромагнітних хвиль (ПЕХ). В цьому випадку вільні електрони приводяться в рух саме поверхневі електромагнітні хвилі (ПЕХ), осцелюючи когерентно по всій освітленій області, таким чином, забезпечуючи високо періодичне поглинання лазерної енергії в освітленій області з періодичністю уздовж поляризації світла.

2) Для ефективного руху вільних електронів від імпульсного лазерного променя, тривалість лазерного імпульсу повинна бути менша за час, якого потребують електрони для термалізації біосумісних матеріалів.

3) Висока щільність енергії лазера, що наноситься на невеликій освітленій області, забезпечує велику амплітуду поглинання, яка закінчується режимом сильної абляції, яка рухається із поліпшенням механічної напруги в радіальному напрямку, вже на одиночних лазерних імпульсах. Це дозволяє уникнути утворення надлишкового обсягу матеріалу на поверхні після видалення розплавленого матеріалу. Сильна абляція з наступним швидким затвердінням залишкового розплаву зберігає регулярний періодичний профіль поглинання на поверхні біосумісних матеріалів, утворюючи тим самим високо регулярні періодичні поверхневі структури.

Для утворення лазерно індукованих періодичних поверхневих структур (ЛІППС) з високою регулярністю або просто періодичних структур була виготовлена наступна експериментальна установка (Фіг. 1). Де 1 - над швидка фемтосекундна лазерна система, 2 - пучок, 3 - атенюатор, 4 - дзеркало 1, 5 - дзеркало 2, 6 - лінза 1, 7 - лінза 2, 8 - напівхвильова пластина, 9 - гальванометрична скануюча головка (гальваносканер), 10 - фокусуюча лінза (f-theta лінза), 11 - поляризатор, 12 - зона обробки, 13 - зразок (імплант), 14 - оптичний стіл, 15 - спеціальне оснащення для фіксування зразка (імпланта), 16 - моторизований круговий стіл, 17 - спеціальне оснащення для фіксування моторизованого кругового столу.

Система складається з надшвидкої лазерної системи (1) з тривалістю імпульсу <10 пс і високою частотою повторення лазерних імпульсів. Енергія імпульсу вибирається для подолання порогу абляції біосумісного матеріалу, що піддається обробці. Пучок (2) рухається на поверхні за допомогою гальванометричної головки (9), що забезпечена короткофокусною відстанню об'єктива (10).

Обертання напівхвильової пластинки (8) відносно поляризатора (11) дозволяє визначити напрямки лазерно-індукованих структур.

Лазерний промінь фокусується на поверхні біосумісних матеріалів (12) і при цьому сканування певною мірою пов'язане з фокусною відстанню, з тим, щоб відхилення променя можна було знехтувати. Неплоскі (круглі) зразки можна обробляти під гальваносканером (9) додавши моторизований круглий стіл (16) та відповідне обладнання для його фіксації (17) та зразка (15).

Пропонована установка з використанням лінійно поляризованого світла дозволяє отримувати високоякісні ЛІПСС на біосумісних металах і сплавах круглої форми з періодичністю нижче довжини хвилі лазерного променя.

Фактори, які дозволяють отримати високоякісні структури:

i) Лазерний діаметр плями не більше, ніж кілька лазерних довжин хвиль. Це дозволяє підтримувати узгодженість при лазерному збудженні електронів в межах абляції структур для наступних лазерних імпульсів. Методами для зменшення лазерної плями є:

i.i) Збільшення апертури лазерного променя перед гальваносканером проводиться за допомогою телескопа (п. 5) складається з двох лінз (15, 16), що розширюють пучок (2), що проходить в напрямку (18), як показано на Фіг. 2 (Схема розширення лазерного променя за допомогою телескопа.)

i.ii) Вибір короткої фокусної відстані f-theta лінзи (10) для зменшення лазерного діаметра плями (п. 5), як на Фіг. 3 (Сфокусований лазерний промінь на поверхні зразка).

ii) Відповідно до п. 2, забезпечення перекриття між лазерними імпульсами на лазерний діаметр плями:

Поверхня повинна бути оброблена з перекриттям між послідовними лазерними імпульсами.

iv) Відповідно до п. 4, забезпечувати перекриття між лініями лазерного сканування, лінії лазерного сканування повинні перекриватися, щоб підтримувати узгодженість між структурами раніше обробленої поверхні і новими.

5 v) Згідно з п. 1.д, щодо щільності (флюенсу) енергії лазерного випромінювання оптимальна щільність енергії повинна бути експериментально оцінена для отримання абляції матеріалу і уникнення надлишкового обсягу матеріалу з розплаву.

ФОРМУЛА КОРИСНОЇ МОДЕЛІ

10

1. Спосіб модифікації поверхні надшвидкими лазерними регулярними періодичними структурами на біосумісних матеріалах для медичних імплантів ультракороткими лазерними імпульсами з надшвидким перебігом лазерного сканування, який **відрізняється** тим, що складається з наступних етапів:

15 а) оброблюють площу поверхні біосумісних матеріалів з використанням імпульсного лазерного променя, в якому довжина імпульсу випромінювання лазерного променя менше за час, необхідний для електронів в біосумісних матеріалах, щоб передати свою енергію атомній решітці, або за час, відомий як час електрон-фононної термалізації;

20 б) сканують згадану область на зазначеній поверхні біосумісних матеріалів з використанням зазначеного імпульсного лазерного променя, в якому лазерне випромінювання є лінійно поляризованим, що викликає поверхневі електромагнітні хвилі, що поширюються на зазначеній поверхні вздовж напрямку поляризації;

25 в) оброблюють зазначену площу зазначеної поверхні біосумісних матеріалів з використанням зазначеного імпульсного лазерного променя, в якому зазначений діаметр пучка на зазначеній поверхні вибирається так, щоб бути меншим характерної довжини загасання зазначеної поверхні електромагнітної поверхневої хвилі, що забезпечує узгодженість зазначеної електромагнітної хвилі над всією освітленою областю, причому зазначена електромагнітна хвиля викликає дуже періодичне поглинання лазерної енергії в межах зазначеної освітленої плями з періодичністю уздовж зазначеної поляризації світла;

30 г) сканують зазначену площу зазначеної поверхні біосумісних матеріалів з використанням зазначеного імпульсного лазерного променя, в якому щільність енергії зазначеного імпульсного лазерного променя вибирається таким чином, що індукується потужна абляція з уникненням утворення надлишкового розплавленого матеріалу, що приводить до абляції зі збереженням зазначеного профілю періодичних поглинань на поверхні біосумісних матеріалів.

35 2. Спосіб за п. 1, який **відрізняється** тим, що додатково включає в себе етапи: застосування високої частоти повторення лазерного імпульсу із скануванням зазначеного імпульсного лазерного променя вздовж згаданої поверхні біосумісних матеріалів, в якому кожний наступний лазерний імпульс частково перекривається з попереднім і застосування багаторазового сканування, в якому подальше лазерне сканування частково перекривається з попереднім, причому зазначена періодична структура відтворюється на нову освітлену зону.

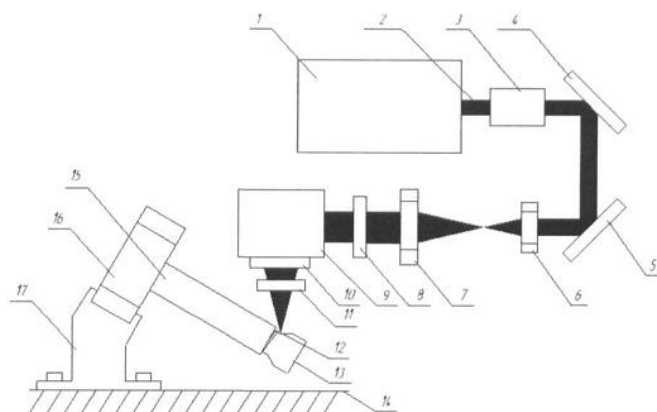
40 3. Спосіб за п. 2, який **відрізняється** тим, що додатково містить етап, на якому: забезпечення площини поляризації згаданого лазерного променя для того, щоб підтримувати орієнтацію наноструктур відповідно до напрямку сканування, при цьому повинні зберігатись умови для ефективного переміщення електронів в когерентних коливаннях для створення згаданої поверхневої електромагнітної хвилі.

45 4. Спосіб за п. 2, який **відрізняється** тим, що додатково містить етап, на якому: забезпечення високої швидкості сканування здійснюють за допомогою гальваносканера і досягнення ще більш високої швидкості обробки, використовуючи 3-координатний рухомий стіл з поступальним рухом, рухаючись відносно гальваносканера.

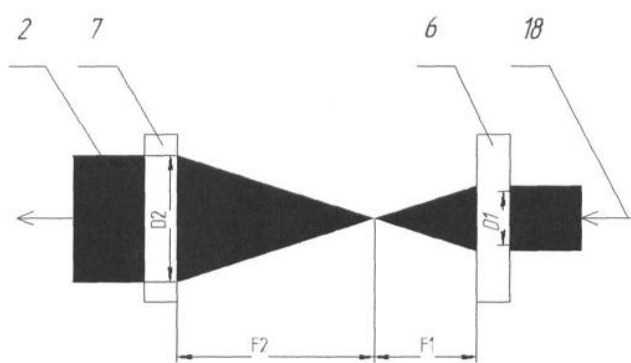
50 5. Спосіб за п. 2, який **відрізняється** тим, що додатково містить етапи, на яких: збільшенням апертури променя перед гальваносканером і застосовуванням короткої фокусної відстані об'єктива для фокусування згаданого лазерного променя на зазначеній поверхні металу забезпечують досить невелику освітлену зону.

55 6. Спосіб за п. 2, який **відрізняється** тим, що: генерування високо-регулярних періодичних структур на поверхні біосумісних матеріалів проходить за умови, що характерна довжина загасання поверхневої електромагнітної хвилі більша, ніж освітленого діаметра плями.

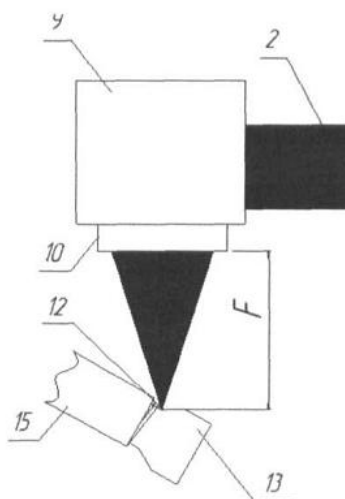
60 7. Спосіб за п. 2, який **відрізняється** тим, що додатково містить етапи, на яких: здійснюють вибір зазначеної довжини імпульсу: <500 фс; а також вибір діаметра згаданої освітленої області і в діапазоні 5-10 лазерних довжин хвиль.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

Комп'ютерна верстка Л. Бурлак

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

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