



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА  
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

**(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ**

(21)(22) Заявка: 2015123973/05, 22.06.2015

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:  
22.06.2015

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 22.06.2015

(45) Опубликовано: 10.10.2016 Бюл. № 28

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: US 4963145 A, 16.10.1990. JPH 01308888 A, 13.12.1989. SU 1428369 A1, 07.10.1988. RU 2531377 C2, 20.10.2014. RU 2452515 C1, 10.06.2012.

Адрес для переписки:

119991, Москва, Ленинский пр., 49, ИМЕТ РАН

(72) Автор(ы):

**Баринов Сергей Миронович (RU),  
Фадеева Инна Вилоровна (RU),  
Фомин Александр Сергеевич (RU),  
Петракова Наталия Валерьевна (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Федеральное государственное бюджетное учреждение науки Институт металлургии и материаловедения им. А.А. Байкова Российской академии наук (ИМЕТ РАН) (RU)**

**(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ПОРИСТОЙ КЕРАМИКИ ИЗ ФОСФАТОВ КАЛЬЦИЯ ДЛЯ ЛЕЧЕНИЯ ДЕФЕКТОВ КОСТНОЙ ТКАНИ**

(57) Реферат:

Изобретение относится к области керамических материалов для медицины, которые могут быть использованы для заполнения костных дефектов в травматологии и ортопедии, челюстно-лицевой хирургии и хирургической стоматологии. Для получения пористой керамики яичные белки с сахарозой в соотношении 1:1 взбивают в пену, которую смешивают с

порошком фосфата кальция в массовом соотношении от 1:1 до 1:5. Смесь формуют, сушат при температуре 180-200°C и спекают при температуре 850-1200°C. Способ обеспечивает получение керамического материала, характеризующегося пористостью 40-90 об.%, размером пор 0,01-20 мкм и прочностью при сжатии 8-15 МПа. 1 ил., 4 пр.

**RU 2 599 524 C1**

**RU 2 599 524 C1**



FEDERAL SERVICE  
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.

*C04B 38/06* (2006.01)*A61F 2/28* (2006.01)(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2015123973/05, 22.06.2015**(24) Effective date for property rights:  
**22.06.2015**

Priority:

(22) Date of filing: **22.06.2015**(45) Date of publication: **10.10.2016 Bull. № 28**

Mail address:

**119991, Moskva, Leninskij pr., 49, IMET RAN**

(72) Inventor(s):

**Barinov Sergej Mironovich (RU),  
Fadeeva Inna Vilorovna (RU),  
Fomin Aleksandr Sergeevich (RU),  
Petrakova Nataliya Valerevna (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhethoe  
uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i  
materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj  
akademii nauk (IMET RAN) (RU)**(54) **METHOD OF PRODUCING POROUS CERAMIC FROM CALCIUM PHOSPHATES FOR TREATING BONE TISSUE DEFECTS**

(57) Abstract:

FIELD: ceramic industry.

SUBSTANCE: invention relates to ceramic materials for medicine, which can be used for filling bone defects in traumatology and orthopaedics, maxillofacial surgery and dental surgery. For producing porous ceramic, egg proteins with sucrose in ratio of 1:1 are whipped in foam, which are mixed with calcium phosphate powder in weight ratio of 1:1 to 1:5. Mixture

is formed, it is dried at 180-200 °C, and it is sintered at a temperature of 850-1,200 °C.

EFFECT: method ensures production of ceramic material, characterised by porosity of 40-90 vol%, pore size of 0,01-20 MCM and compression strength of 8-15 Mpa.

1 cl, 1 dwg, 4 ex

RU 2 599 524 C1

RU 2 599 524 C1

Изобретение относится к области керамических материалов для медицины, а именно травматологии и ортопедии, челюстно-лицевой хирургии и хирургической стоматологии, и может использоваться для изготовления материалов, предназначенных для заполнения костных дефектов.

5 Пористая керамика может быть изготовлена различными способами - методом выгорающих добавок, методом растворимых добавок, методом вспенивающих добавок. В качестве выгорающих добавок используют материалы на основе органических  
10 веществ - сажу, опилки, муку. При спекании керамики выгорающая добавка на основе органического вещества сгорает, образуя углекислый газ и пары воды, которые удаляются из образца, формируя в нем систему взаимосвязанных открытых пор.  
15 Введением в состав керамической шихты солей, разлагающихся при нагревании, например карбоната или гидрокарбоната аммония, также можно создать систему взаимосвязанных пор в спеченном образце: поры формируются за счет выделения газообразных продуктов разложения (Fabrication and cellular biocompatibility of porous carbonated biphasic calcium phosphate ceramics with a nanostructure / B. Li, X. Chen, B. Guo et al. // Acta Biomaterialia. 2009. V. 5. P. 134-143).

Известен патент (Патент РФ С1 №2299869. Комлев В.С., Баринов С.М., Кубарев О.Л. Способ изготовления пористых керамических гранул фосфатов кальция (Институт физико-химических проблем керамических материалов РАН)), в котором пористые  
20 керамические гранулы формируют в системе несмешивающихся жидкостей вода/масло. В состав водной суспензии входит биополимер (желатин), выполняющий роль выгорающей добавки. Керамические гранулы, полученные таким способом, характеризуются пористостью в интервале 20-80 об.%, поры открытые, взаимосвязанные. Недостатком данного способа является относительно низкий выход  
25 гранул и необходимость использования больших объемов масла и этилового спирта, используемых для формирования и последующего промывания гранул.

В патенте США (US patent № 8,871,167 Aizawa, et al. Biocompatible ceramic-polymer hybrids and calcium phosphate porous body) предложено использовать для получения  
30 пористой кальцийфосфатной керамики волокна фосфатов кальция (ФК), при этом поры формируются за счет переплетения волокон, которые припекаются друг к другу в процессе спекания. Недостатком данного способа является необходимость использования волокон ФК.

В патенте (Патент РФ С1 №2349373, В01D 71/02. Композиционная пористая подложка для оксидно-керамических мембран и способ ее получения / Зырянов В.В. (Институт  
35 химии твердого тела и механохимии Сибирского отделения Российской академии наук) №2007138240/15. Заявл. 15.10.2007) описан способ получения пористой керамической подложки для нанесения мембран. Подложки получают литьем суспензий на основе отобранных беложгущихся каолинов и глин с добавками микрокристаллической целлюлозы. Способ получения включает обжиг подготовленной и сформованной  
40 суспензии, микрокристаллическая целлюлоза выполняет роль выгорающей добавки.

Запатентован (US patent № 8,586,166 Ohno et al. Ceramic sintered body and ceramic filter) способ получения пористой керамики, состоящей из пористых керамических частиц и связующего слоя, в качестве которого может использоваться стекло или спекающая  
45 добавка. Недостатком этого патента является необходимость использования в качестве исходного материала готовых пористых керамических частиц, что усложняет процесс изготовления пористой керамики, приводя к появлению дополнительной стадии получения пористых гранул.

Наиболее близким к данному изобретению является патент РФ №2475461 «Способ

получения пористой керамики из гидроксипатита, обладающей антимикробной активностью». Шликером на основе геля полиакриламида, содержащим порошок гидроксипатита, включающим ионы цинка или меди, или железа, или серебра пропитывают полиуретановые губки с пористостью от 50 до 90 об.%, после чего  
5 проводят спекание при температуре 900-1200°C. Недостатком данного способа получения пористой керамики является выделение большого объема вредных газообразных веществ в процессе спекания, а также невозможность получения больших объемных образцов.

Техническим результатом предлагаемого изобретения является получение объемных  
10 пористых керамических матриц из фосфатов кальция с пористостью от 40 до 90 об.% и размером пор от 0,01 мкм до 20 мкм, имеющего прочность при сжатии 8-15 МПа.

Технический результат достигается тем, что в способе получения пористой керамики из фосфатов кальция для лечения дефектов костной ткани, включающем введение  
15 выгорающей добавки-порообразователя, формование и спекание, согласно изобретению в качестве выгорающей добавки-порообразователя используют взбитые в пену яичные белки с сахарозой, взятые в соотношении 1:1, которые смешивают с керамическим порошком фосфата кальция в соотношении от 1:1 до 1:5 с последующим формованием, сушкой при 180-200°C и термообработкой в камерной печи в температурном интервале  
20 850-1200°C, полученный керамический материал характеризуется пористостью от 40 до 90 об. % и размером пор от 0,01 до 20 мкм, прочностью при сжатии 8-15 МПа.

При спекании керамических образцов происходит разложение яичных белков с образованием углекислого газа, ядовитые газообразные продукты при разложении не образуются.

При изменении соотношения яичных белков с сахарозой образуется нестойкая пена,  
25 которая гасится при добавлении керамических порошков ФК. При уменьшении соотношения белковая пена:керамический порошок ФК менее чем 1:1, образуется неоднородный шликер, который после спекания содержит поры различного размера, неравномерно распределенные в керамическом образце. Керамика при этом имеет  
30 пористость ниже 40%. При увеличении соотношения белковая пена:керамический порошок ФК более чем 1:5 в результате спекания органическая составляющая шликера выгорает, между частицами ФК образуется мало контактов, в результате чего прочность образцов снижается до менее чем 1 МПа при сжатии, образцы рассыпаются. При  
увеличении температуры сушки выше 200°C происходит обугливание и деформация  
35 образцов, при температуре сушки ниже 180°C образцы получаются сырыми, а при спекании таких сырых образцов происходит их разрушение из-за большого объема выделяющихся газообразных продуктов (пары воды и углекислый газ). Снижение температуры спекания ниже 850°C приводит к резкому снижению прочности (ниже 1 МПа).

40 Пример 1.

Яичные белки с сахарозой, взятые в соотношении 1:1, взбивают в пену с помощью  
лопастной мешалки. Образовавшуюся пену смешивают с керамическим порошком ФК (цинксодержащего гидроксипатита) в массовом соотношении 1:1. Образовавшуюся  
массу формируют, помещают в сушильный шкаф при температуре 180°C, сушат в течение  
45 10-15 мин, после чего помещают в камерную печь с силитовыми нагревателями и проводят операцию спекания при температуре 1100°C. После спекания образцы имеют пористость 55-60% и прочность при сжатии 15 МПа. Микроструктура пористой керамики представлена на рис. 1.

## Пример 2.

Яичные белки с сахарозой, взятые в соотношении 2:1, взбивают в пену, пена получается жидкой и неустойчивой, гасится при добавлении керамического порошка.

## Пример 3.

5 Яичные белки с сахарозой, взятые в соотношении 1:1, взбивают в пену с помощью лопастной мешалки. Образовавшуюся пену смешивают с керамическим порошком трикальцийфосфата в массовом соотношении 1:10. Получить шликер при таком соотношении компонентов не удалось: много порошка и мало пены.

## Пример 4.

10 Яичные белки с сахарозой, взятые в соотношении 1:1, взбивают в пену с помощью лопастной мешалки. Образовавшуюся пену смешивают с керамическим порошком ФК (нанокристаллического апатита) в массовом соотношении 3:2. Образовавшуюся массу формуют, помещают в сушильный шкаф при температуре 200°C, сушат в течение 10-15 мин, после чего помещают в камерную печь с силитовыми нагревателями и проводят  
15 операцию спекания при температуре 900°C. После спекания образцы имеют пористость 850% и прочность при сжатии 8 МПа.

## Формула изобретения

Способ получения пористой керамики из фосфатов кальция для лечения дефектов  
20 костной ткани, включающий введение выгорающей добавки-порообразователя, формование и спекание, отличающийся тем, что в качестве выгорающей добавки-порообразователя используют взбитые в пену яичные белки с сахарозой, взятые в соотношении 1:1, которые смешивают с керамическим порошком фосфата кальция в соотношении от 1:1 до 1:5 с последующим формованием, сушкой при 180-200°C и  
25 термообработкой в камерной печи в температурном интервале 850-1200°C, полученный керамический материал характеризуется пористостью от 40 до 90 об.% и размером пор от 0,01 до 20 мкм, прочностью при сжатии 8-15 МПа.

30

35

40

45

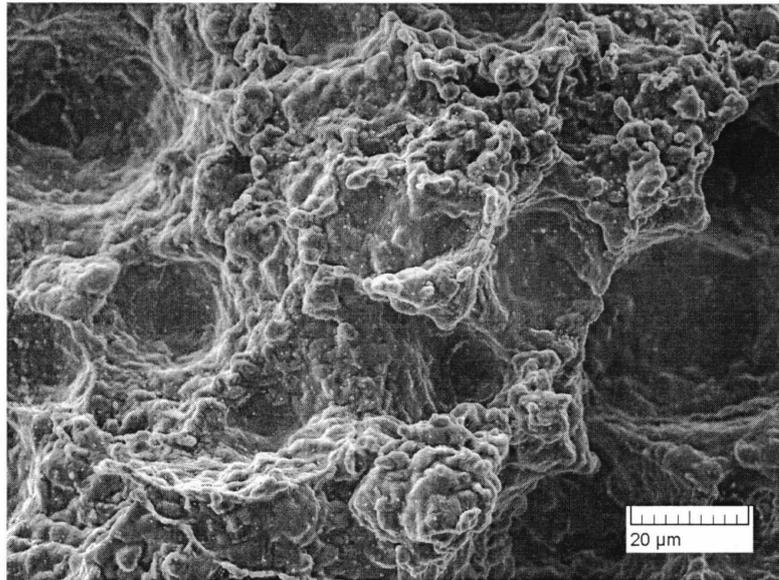


Рис.1