



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2016103965, 08.02.2016

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
08.02.2016

Дата регистрации:
29.06.2017

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 08.02.2016

(45) Опубликовано: 29.06.2017 Бюл. № 19

Адрес для переписки:

119334, Москва, Ленинский пр-кт, 49, ИМЕТ
РАН

(72) Автор(ы):

**Калита Василий Иванович (RU),
Комлев Дмитрий Игоревич (RU),
Иванников Александр Юрьевич (RU),
Радюк Алексей Александрович (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

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

(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: RU 2423545 C2, 10.07.2011. RU
2146302 C1, 10.03.2000. WO 2012036718 A1,
22.03.2012. WO 99/35306 A2), 15.07.1999. EP
2947172 A1, 25.11.2015.

(54) Способ получения композиционного пористого биоактивного покрытия

(57) Реферат:

Изобретение относится к способам напыления композиционных пористых биоактивных покрытий и может быть использовано для формирования покрытий на поверхности внутрикостных имплантатов, фильтрующих покрытий, носителей катализаторов. Способ получения композиционного пористого биоактивного покрытия включает напыление на подложку на первой стадии слоя металлического покрытия под углом к подложке более 45°, напыление на него на второй стадии слоя из того же металлического материала под углом к подложке менее 45° и напыление на полученные

слои на третьей стадии биоактивного керамического слоя, при этом напыление слоев на всех трех стадиях осуществляют при температуре подложки 200-900°С, а биоактивный керамический слой на третьей стадии напыляют под углами 45-90° к поверхности слоя металлического покрытия, сформированного на второй стадии напыления. Техническим результатом изобретения является увеличение сдвиговой прочности композиционного покрытия при сохранении его пористости 10-60% и размера пор 10-600 мкм. 3 пр.

RU 2 623 944 C1

RU 2 623 944 C1



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(51) Int. Cl.
C23C 4/12 (2006.01)
C23C 4/04 (2006.01)

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2016103965, 08.02.2016**(24) Effective date for property rights:
08.02.2016Registration date:
29.06.2017

Priority:

(22) Date of filing: **08.02.2016**(45) Date of publication: **29.06.2017** Bull. № 19

Mail address:

119334, Moskva, Leninskij pr-kt, 49, IMET RAN

(72) Inventor(s):

**Kalita Vasilij Ivanovich (RU),
Komlev Dmitrij Igorevich (RU),
Ivannikov Aleksandr Yurevich (RU),
Radyuk Aleksej Aleksandrovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Federalnoe gosudarstvennoe byudzhetnoe
uchrezhdenie nauki Institut metallurgii i
materialovedeniya im. A.A. Bajkova Rossijskoj
akademii nauk (IMET RAN) (RU)**(54) **METHOD OF OBTAINING COMPOSITE POROUS BIOACTIVE COATING**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: method of producing a composite porous bioactive coating includes spraying a substrate on a first stage of a metal coating layer at an angle to the substrate greater than 45°, deposition on it in the second stage of a layer of the same metallic material at an angle to the substrate less than 45° and spraying onto the layers obtained in the third stage of the bioactive ceramic layer. The layers are sprayed on all three stages

at a substrate temperature of 200-900°C, and the bioactive ceramic layer is sprayed in the third stage at angles of 45-90° to the surface of the metal coating layer formed in the second sputtering stage.

EFFECT: increase in the shear strength of the composite coating while maintaining its porosity of 10-60 percent and a pore size of 10-600 mcm.

3 ex

RU 2 623 944 C1

RU 2 623 944 C1

Изобретение относится к области металлургии, а более конкретно к формированию пористых покрытий на поверхности, и может быть использовано для формирования покрытий на внутрикостных имплантатах, фильтрующих покрытиях, носителях катализаторов.

5 Известен способ напыления пористых покрытий в четыре стадии [Internationale

Veröffentlichungsnummer

10 WO 86106617. 20 November 1986 (20.11.86). Coating of an Implant Body]. На первой стадии напыляют плотное металлическое титановое покрытие на подложку. На второй стадии напыляют пористое металлическое титановое покрытие за счет увеличения размера напыляемых частиц и уменьшения мощности плазмотрона. На третьей стадии напыляют смесь металлического и керамического биоактивного порошка гидроксиапатита для
15 формирования переходного слоя. На четвертой стадии напыляют керамический биоактивный слой гидроксиапатита.

Покрытие, сформированное по данному способу, имеет следующие недостатки. Точечные контакты между сферическими частицами пористого титанового слоя, напыленного на второй стадии, определяют низкую прочность покрытия в целом.
20 Размер пор ограничен, а сами поры имеют неблагоприятную форму: то расширяются, то сужаются. Это неблагоприятно для врастания и функционирования новой костной ткани. При напылении четвертого керамического слоя существенно уменьшается величина пористости и размер пор покрытия, напыленного на второй стадии. Эти недостатки существенно уменьшают эффективность использования таких покрытий
25 на поверхности имплантатов. В результате покрытие разрушается в организме человека. Поэтому в ряде стран такие покрытия используются только с дополнительным цементом, несколько повышающим прочность покрытий, но полностью закрывающим поры.

Известен способ формирования композиционного покрытия, в котором первый
30 плотный слой на подложку напыляют под углом соударения частиц с подложкой более 45° [Патент РФ "Способ получения покрытий" №2146302, 7 С23С 4/12, 10.03.2000, Бюл. №7]. Второй слой покрытия напыляют под углом к подложке меньше 45°. При напылении покрытия по данному способу формируется пористое покрытие в виде гребней и впадин, образуя трехмерное капиллярно-пористое покрытие. Основной объем
35 пористого пространства расположен в таких покрытиях во впадинах. Отсутствие биоактивного слоя на поверхности покрытия увеличивает сроки врастания новой костной ткани в пористое пространство титанового покрытия.

Наиболее близким является способ получения композиционного пористого покрытия [патент РФ "Способ получения покрытий" №2423545, С23С 4/12, С23С 4/04. Дата публикации: 10.04.2012], включающий напыление слоя металлического материала под
40 углом к подложке более 45° на первой стадии и напыление слоя из того же металлического материала под углом менее 45° - на второй стадии, отличающийся тем, что на дополнительной третьей стадии осуществляют напыление биоактивного керамического слоя под углом 90°, при этом напыление слоев осуществляют при
45 температуре на 100-1000°С выше температуры плавления напыляемого материала и со скоростью напыляемых частиц 100-700 м/с.

При напылении керамического слоя по способу, описанному в прототипе, под углом 90° к подложке, напыляемые частицы керамического порошка соударяются с

поверхностью гребней второго слоя под углом менее 45° , что приводит к формированию пористости в керамическом слое и снижению его механических свойств, и к снижению прочности соединения композиционного покрытия с костной тканью. Для применений биоактивных композиционных покрытий необходимо кроме высоких значений

5 пористости до 60% иметь высокие значения прочности этих покрытий.

Этот третий способ напыления пористого покрытия приняли в качестве прототипа.

Задачей изобретения является: способ повышения механических свойств всех слоев композиционного покрытия, в том числе биоактивного керамического покрытия при максимальной плотности керамического покрытия.

10 Техническим результатом изобретения является повышение сдвиговой прочности композиционного покрытия в целом при сохранении его пористости покрытия 10-60% и размера пор 10-600 мкм.

Технический результат достигается тем, что способ получения композиционного пористого биоактивного покрытия, включающий напыление на первой стадии под

15 углом к подложке более 45° и на второй стадии под углом к подложке менее 45° и напыление керамического покрытия на третьей стадии, согласно изобретению напыление керамического слоя покрытия на третьей стадии ведут под углами $45-90^\circ$ к поверхности слоя металлического покрытия, сформированного на второй стадии, с нагревом подложки на всех стадиях напыления до $200-900^\circ\text{C}$.

20 Получаемый технический результат можно объяснить тем, что подогрев подложки до $200-900^\circ\text{C}$ позволяет повысить прочность всех трех слоев покрытия, а получение прочного керамического слоя на третьей стадии объясняется дополнительным фактором, напылением плотного керамического покрытия под углами $45-90^\circ$ к поверхности слоя металлического покрытия.

25 В предлагаемом способе на первой стадии процесса напыляют плотный металлический слой под углом более 45° , на второй стадии процесса под углом к подложке менее 45° напыляют пористое покрытие в виде гребней и впадин. Пористость второго слоя покрытия определяет пористость покрытия в целом. На третьей стадии процесса напыляют керамическое покрытие под углом $45-90^\circ$ к поверхности гребней

30 (второй слой покрытия). Напыление керамического покрытия на третьей стадии преследует цель сформировать покрытие на всей свободной поверхности гребней, сформированных на второй стадии напыления. Напыление слоя керамического покрытия под углом $45-90^\circ$ к поверхности гребней позволяет получить на поверхности гребней плотное и прочное керамическое покрытие без существенных уменьшений пористости

35 второго слоя, полученного на второй стадии.

Пример 1

При напылении композиционного покрытия по предлагаемому способу сформировали покрытие в три стадии при подогреве подложки 200°C . На первой стадии напылили титановый слой из титановой проволоки толщиной 100 мкм. Напыление

40 вели под углом $70-90^\circ$ к подложке. На второй стадии напыление вели из титановой проволоки под углом 30° , толщина покрытия 600 мкм. На третьей стадии напыление вели под углами $45-90^\circ$ к поверхности гребней из порошка гидроксиапатита с размером частиц 25-40 мкм, толщина покрытия гидроксиапатита 90 мкм. Среднее значение сдвиговой прочности композиционного покрытия 120 МПа, пористость покрытия 55%,

45 средний размер пор 600 мкм.

Пример 2

При напылении композиционного покрытия по предлагаемому способу сформировали покрытие в три стадии при подогреве подложки 400°C . На первой стадии

напылили танталовый слой из танталовой проволоки толщиной 50 мкм. Напыление вели под углом 90° к подложке. На второй стадии напыление вели из танталовой проволоки под углом 35° , толщина покрытия 600 мкм. На третьей стадии напыление вели под углами $50-80^\circ$ к поверхности гребней из порошка гидроксиапатита с размером частиц 40-63 мкм, толщина покрытия гидроксиапатита 100 мкм. Среднее значение сдвиговой прочности композиционного покрытия 130 МПа, пористость покрытия 46%, средний размер пор 450 мкм.

Пример 3

При напылении композиционного покрытия по предлагаемому способу сформировали покрытие в три стадии при подогреве подложки 900°C . На первой стадии напылили титановый слой из порошка с размером частиц 30-71 мкм толщиной 50 мкм. Напыление вели под углом 90° к подложке. На второй стадии напыление вели из титанового порошка с размером частиц 30-71 мкм под углом 25° , толщина покрытия 500 мкм. На третьей стадии напыление вели под углом под углами $50-80^\circ$ к поверхности гребней из порошка гидроксиапатита с размером частиц 25-32 мкм, толщина покрытия гидроксиапатита 30 мкм. Сдвиговая прочность покрытия 125 МПа, пористость покрытия 60%, средний размер пор 500 мкм.

Таким образом, поставленная задача решена. В предлагаемом способе напыления композиционного пористого покрытия получен объем пористости покрытия - 30-60%, размер пор - 300-600 мкм. Сдвиговая прочность покрытия выше, чем в прототипе.

(57) Формула изобретения

Способ получения композиционного пористого биоактивного покрытия, включающий напыление на подложку на первой стадии слоя металлического покрытия под углом к подложке более 45° , напыление на него на второй стадии слоя из того же металлического материала под углом к подложке менее 45° и напыление на полученные слои на третьей стадии биоактивного керамического слоя, отличающийся тем, что напыление слоев на всех трех стадиях осуществляют при температуре подложки $200-900^\circ\text{C}$, а биоактивный керамический слой на третьей стадии напыляют под углом $45-90^\circ$ к поверхности слоя металлического покрытия, сформированного на второй стадии напыления.

35

40

45