

РОССИЙСКАЯ ФЕДЕРАЦИЯ



ПАТЕНТ

НА ИЗОБРЕТЕНИЕ

№ 2732959

Способ лазерного структурирования поверхности титановых дентальных имплантов

Патентообладатели: *федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования "Национальный исследовательский университет ИТМО" (Университет ИТМО) (RU), Общество с ограниченной ответственностью "Техник +" (ООО "Техник +") (RU)*

Авторы: *см. на обороте*

Заявка № 2019107622

Приоритет изобретения 15 марта 2019 г.

Дата государственной регистрации в

Государственном реестре изобретений

Российской Федерации 25 сентября 2020 г.

Срок действия исключительного права

на изобретение истекает 15 марта 2039 г.

Руководитель Федеральной службы
по интеллектуальной собственности

Г.П. Ивлиев





ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(52) СПК

A61C 8/00 (2020.02)

(21)(22) Заявка: 2019107622, 15.03.2019

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
15.03.2019Дата регистрации:
25.09.2020

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 15.03.2019

(43) Дата публикации заявки: 15.09.2020 Бюл. № 26

(45) Опубликовано: 25.09.2020 Бюл. № 27

Адрес для переписки:

197101, Санкт-Петербург, Кронверкский пр.,
49, лит.А, Университет ИТМО, ОИС и НТИ

(72) Автор(ы):

Одинцова Галина Викторовна (RU),
Вейко Вадим Павлович (RU),
Романов Валерий Витальевич (RU),
Яцук Роман Михайлович (RU),
Карлагина Юлия Юрьевна (RU),
Божко Валерия Игоревна (RU),
Черненко Геннадий Николаевич (RU),
Громов Евгений Павлович (RU),
Слабинский Роман Олегович (RU)

(73) Патентообладатель(и):

федеральное государственное автономное
образовательное учреждение высшего
образования "Национальный
исследовательский университет ИТМО"
(Университет ИТМО) (RU),
Общество с ограниченной ответственностью
"Техник +" (ООО "Техник +") (RU)(56) Список документов, цитированных в отчете
о поиске: US 8784104 B2, 22.07.2014. US
20170014169 A1, 29.01.2017. RU 2567138 C2,
10.11.2015. RU 2248266 C2, 20.03.2005.

(54) Способ лазерного структурирования поверхности титановых дентальных имплантов

(57) Реферат:

Изобретение относится к способу лазерного структурирования поверхности титановых дентальных имплантов. Благодаря лазерному структурированию поверхности импланта, заключающемуся в последовательном воздействии лазерного излучения на все части поверхности импланта с плотностью мощности излучения 630 МВт/см², при этом воздействие на цилиндрические части импланта производят с одновременным вращением импланта с линейной

скоростью 5 мм/с, а на плоские части поверхности импланта с шагом 2 мкм, причем для создания каждой следующей микроканавки на всех частях поверхности импланта сканирование осуществляют с шагом 30 мкм, предлагаемый способ обеспечивает получение микроструктуры с наношероховатостью на поверхности импланта, обеспечивающей повышение биосовместимости, коррозионной стойкости и бактерицидных свойств импланта. 4 ил.



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**

(52) CPC
A61C 8/00 (2020.02)

(21)(22) Application: **2019107622, 15.03.2019**

(24) Effective date for property rights:
15.03.2019

Registration date:
25.09.2020

Priority:

(22) Date of filing: **15.03.2019**

(43) Application published: **15.09.2020 Bull. № 26**

(45) Date of publication: **25.09.2020 Bull. № 27**

Mail address:

**197101, Sankt-Peterburg, Kronverkskij pr., 49,
lit.A, Universitet ITMO, OIS i NTI**

(72) Inventor(s):

**Odintsova Galina Viktorovna (RU),
Vejko Vadim Pavlovich (RU),
Romanov Valerij Vitalevich (RU),
Yatsuk Roman Mikhajlovich (RU),
Karlagina Yuliya Yurevna (RU),
Bozhko Valeriya Igorevna (RU),
Chernenko Gennadij Nikolaevich (RU),
Gromov Evgenij Pavlovich (RU),
Slabinskij Roman Olegovich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**federalnoe gosudarstvennoe avtonomnoe
obrazovatelnoe uchrezhdenie vysshego
obrazovaniya "Natsionalnyj issledovatel'skij
universitet ITMO" (Universitet ITMO) (RU),
Obshchestvo s ogranichennoj otvetstvennostyu
"Tekhnik +" (OOO "Tekhnik +") (RU)**

(54) **METHOD FOR LASER STRUCTURING OF TITANIUM DENTAL IMPLANTS SURFACE**

(57) Abstract:

FIELD: medicine; technological processes.

SUBSTANCE: invention relates to a method for laser structuring of a surface of titanium dental implants. Due to laser structuring of implant surface, consisting in successive exposure to laser radiation on all parts of implant surface with radiation power density of 630 MW/cm², wherein the impact on the implant cylindrical parts is performed with simultaneous rotation of the implant at a linear speed of 5 mm/s, and on the flat parts

of the implant surface with pitch of 2 mcm, wherein to create each next micro-groove on all parts of the implant surface scanning is carried out with pitch of 30 mcm.

EFFECT: disclosed method provides a microstructure with nano-roughness on the surface of the implant, which improves the biocompatibility, corrosion resistance and bactericidal properties of the implant.

1 cl, 4 dwg

Изобретение относится к области медицины и конкретно касается структурирования поверхности титановых дентальных имплантов (с целью формирования биоактивного, антибактериального и износостойкого покрытия), предназначенных для введения в костную ткань с целью устранения костных дефектов.

5 Известен способ изготовления стоматологического импланта с многослойным биоактивным покрытием (патент РФ №2146535, МПК А61L 27/00, дата приоритета 20.07.1998, дата публикации 20.03.2000). Данный способ включает предварительную пескоструйную обработку импланта с целью структурирования поверхности и последующее плазменное напыление, которое позволяет обеспечить адгезионную
10 прочность.

Недостатком данного способа является отсутствие возможности формирования упорядоченной микро- и наноструктуры с заданными геометрическими параметрами - периодом и высотой, в результате чего не достигается нужный уровень остеоинтеграции импланта.

15 Известен способ нанесения покрытия на имплант из титана и его сплавов (патент РФ №2154463, МПК А61К 6/033, дата приоритета 07.07.1999, дата публикации 20.08.2000), заключающийся в анодировании титана и его сплавов. Сущность способа заключается в следующем: берется электролит (представляющий собой фосфорную кислоту), в него добавляется порошок гидроксиапатита, готовый к покрытию имплантат
20 помещается в ванну с электролитом. Через электролит пропускается импульсный или постоянный ток напряжением до 80-150 В с частотой следования импульсов 0,5-10,0 Гц в течение 2-30 минут. Процесс ведется при постоянном перемешивании и температуре 20°C. Полученная толщина покрытия составляет 3-20 мкм.

Недостатком данного способа также является отсутствие возможности получить
25 упорядоченную пористость покрытия с заданными значениями периода и высоты, что снижает его остеоинтеграционные свойства. Включения в состав покрытия оксидов меди, гидроксиапатитов, фосфора и кальция нарушают сплошность оксидной пленки из TiO_2 и может приводить к сколам, что также отрицательно влияет на остеоинтеграцию.

30 Известен способ создания наноструктурной пористой поверхности имплантов из титана и его сплавов (патент РФ №2469744, МПК А61L 31/08, дата приоритета 30.06.2011, дата публикации 20.12.2012). Данный способ включает пескоструйную обработку для придания поверхности титана шероховатости, с последующим травлением в кислотах для удаления примесей и получения на поверхности чистого титана и обжигом
35 в печи для структурирования кристаллов и удаления связанной воды из пор поверхности.

Недостатком данного способа является низкая точность обработки имплантатов, использование последующих дополнительных этапов обработки, не экологичное использование кислот для удаления примесей, а также невозможность получения упорядоченной структуры, что также снижает остеоинтеграцию.

40 Недостатком всех вышеупомянутых методов является большое количество технологических этапов, что ведет к временным и экономическим потерям, а также к повышению вероятности возникновения брака на производстве. Кроме того, рассмотренные способы не позволяют локально формировать разномасштабные структуры: макро- (для замещения утраченной части кости), микро- (для клеток костной
45 ткани) и наноразмеров (для белков) с заданным химическим составом.

Известен способ лазерного структурирования поверхности подложки, в том числе из титана, взятый за прототип (патент US №20050211680 А1, МПК В23К 26/0624, дата приоритета 23.05.2003, дата публикации 29.09.2005). Данный способ лазерного

структурирования поверхности титановых дентальных имплантов заключается после предварительной очистки и стерилизации поверхности импланта в создании на поверхности импланта микроканалов с глубиной и шириной в диапазоне от 20 мкм до 30 мкм ее обработкой воздействием излучения лазера с наносекундной длительностью импульсов его сканированием.

Несомненным преимуществом предложенного способа является то, что обработка поверхности происходит бесконтактным воздействием на материал и без использования химических добавок при формировании структуры.

Недостатком предложенного способа является формирование только одного типа структур - микроканалки, в то время как для приживаемости дентальных имплантов на раннем этапе остеointеграции необходима наношероховатость, а также необходимость ручного изменения положения импланта для его обработки со всех сторон.

Задачей, на решение которой направлено предлагаемое изобретение, является получение поверхности титанового дентального импланта, удовлетворяющей высокой степени остеointеграции импланта в организме человека.

Поставленная задача решается за счет достижения технического результата, заключающегося в формировании упорядоченной микроструктуры с наношероховатостью по всей поверхности импланта.

Указанный технический результат достигается путем лазерного структурирования поверхности титановых дентальных имплантов, включающей цилиндрические части в виде резьбы и шейки, а также плоские части. После предварительной очистки и стерилизации поверхности импланта, а также его закреплении в наклонно-поворотном устройстве, на поверхности импланта создаются микроканалки с глубиной и шириной в диапазоне от 20 мкм до 30 мкм ее обработкой воздействием излучения лазера с наносекундной длительностью импульсов его сканированием при плотности мощности излучения 630 МВт/см^2 , ориентируя имплант с помощью наклонно-поворотного устройства для обеспечения падения излучения на обрабатываемую часть поверхности. При этом лазерное воздействие производят последовательно на боковые поверхности резьбы импланта, ее выступы и впадины, затем на шейку импланта с одновременным вращением импланта с линейной скоростью 5 мм/с, после чего осуществляют только сканирование лазерного излучения по плоским частям поверхности импланта с шагом 2 мкм, причем для создания каждой следующей микроканалки на всех частях поверхности импланта сканирование осуществляют с шагом 30 мкм.

Сущность изобретения поясняется чертежами, где:

- на фиг. 1 показана схема и пример готового устройства, с помощью которого реализуется предлагаемый способ лазерного структурирования поверхности титановых дентальных имплантов, на выноске показан внешний вид дентального импланта до и после лазерного структурирования его поверхности;

- на фиг. 2 представлены СЭМ- снимки поверхностей дентального импланта: плоской части импланта (слева от фотографии импланта) и резьбы импланта (справа от фотографии импланта) после лазерного структурирования;

- на фиг. 3 показаны СЭМ и ПЭМ-снимки с разным увеличением поверхности дентального импланта после лазерного структурирования;

- на фиг. 4 продемонстрированы результаты проведенных исследований *in vitro*, которые показывают процесс дифференциации клеток на поверхности титана до и после лазерного воздействия.

Реализация предлагаемого способа происходит с помощью устройства для лазерного

структурирования поверхности титановых дентальных имплантов, например, на базе твердотельного импульсного волоконного лазера 1 с диодной накачкой наносекундной длительности импульсов, в состав которого также входят устройство оптической транспортировки излучения 2 к обрабатываемому импланту 3, контроллер 4, сканаторы 5, фокусирующая система 6 и наклонно-поворотное устройство 7 (Фиг. 1). В управляющий персональный компьютер 8 заносится алгоритм получения заданных микроструктур. Имплант после предварительной очистки и стерилизации закрепляется в наклонно-поворотном устройстве 7, после этого вся поверхность изделия подвергается воздействию лазерного излучения, при этом лазерный пучок и имплант перемещаются в соответствии с программой по заданному алгоритму в соответствии с формой импланта: последовательно на боковые поверхности резьбы импланта, ее выступы и впадины, затем на шейку импланта.

Используемый режим лазерного воздействия позволяет нагреть поверхность титана выше температуры кипения металла и приводит к образованию упорядоченной микроструктуры по всей поверхности импланта в виде канавок с глубиной и шириной в диапазоне от 20 мкм до 30 мкм (Фиг. 2). Полученные геометрические размеры канавок соответствуют размерам клеток костной ткани (например, размер ядра стволовых мезенхимальных клеток человека составляет порядка $20 \div 30$ мкм, а продольный размер клетки при хорошей адгезии - $100 \div 150$ мкм), что обеспечивает лучшую остеоинтеграцию импланта в организме человека. Одновременно с образованием микроструктуры на ее поверхности формируется наношероховатость (Фиг. 3), возникающая при конденсации испаренного металла с его одновременным окислением при обработке в воздушной среде. На Фиг. 3 показаны морфология и состав образовавшейся многослойной оксидной пленки. Характерный размер полученной наношероховатости соответствует размеру белков (в среднем $1 \div 100$ нм), что играет важную роль на ранних этапах остеоинтеграции.

Импланты из диоксида титана обладают повышенной биосовместимостью (показано, например, в [De Nardo L, Raffaini G, Ganazzoli F, Chiesa R. Metal surface oxidation and surface interactions. In: Williams R, ed. Surface modification of biomaterials: methods, analysis and applications. Cambridge, UK: Woodhead Publishing; 2011: 102-142]), также они являются антибактериальными, губительными для широкого круга микроорганизмов, среди которых бактерии и эндоспоры [Foster HA, Ditta IB, Varghese S, Steele A. Photocatalytic disinfection using titanium dioxide: spectrum and mechanism of antimicrobial activity. Appl Microbiol Biotechnol. 2011; 90(6):1847-1868].

На Фиг. 4 показаны результаты проведенных исследований *in vitro*, которые показывают процесс дифференциации клеток на поверхности титана до и после лазерного воздействия. На образцах титана до и после лазерного структурирования было проведено культивирование стволовых мезенхимальных стромальных клеток (МСК) человека в течение 24 часов и 20 дней. Анализ пролиферации клеток с использованием красителя TurboFP635 был выполнен с помощью флуоресцентной микроскопии и показал, что после 24 часов высаженные клетки были найдены на всех типах образцов и показывали хорошую адгезию клеток к поверхности титана (как до, так и после лазерного структурирования). После 20 дней количество клеток на структурированных образцах значительно увеличилось, в то время как на образцах до лазерной обработки количество клеток даже уменьшилось. На структурированном титане клетки располагаются не только на поверхности, но и в порах, что поможет импланту надежнее зафиксироваться в формирующейся костной ткани.

Согласно отличительным признакам изобретения способ лазерного структурирования поверхности титановых дентальных имплантов, изложенный выше, позволяет улучшить

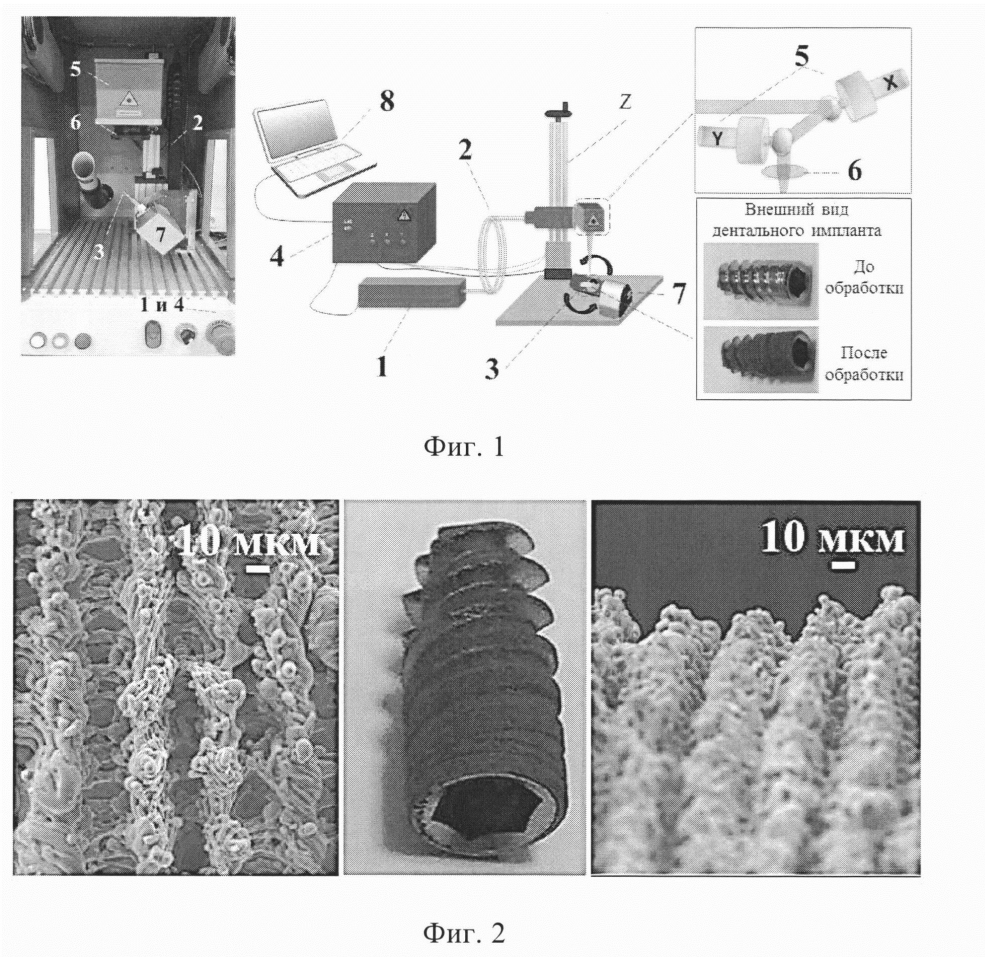
остеоинтеграцию импланта в организме человека за счет микроструктурирования его поверхности канавками с глубиной и шириной в диапазоне от 20 мкм до 30 мкм, покрытыми по всей поверхности нанорельефом, состоящем из оксидов титана, которые обеспечивают хорошие бактерицидные свойства и повышают коррозионную стойкость покрытия.

Вышеупомянутый технический результат доказывает, что способ лазерного структурирования поверхности дентальных имплантов является действующим и конкурентоспособным (за счет использования наклонно-поворотного устройства происходит обработка всей поверхности импланта при бесконтактном воздействии на материал и без использования химических добавок) для получения микроструктуры с наношероховатостью на поверхности импланта, обеспечивающей повышение биосовместимости, коррозионной стойкости и бактерицидных свойств импланта.

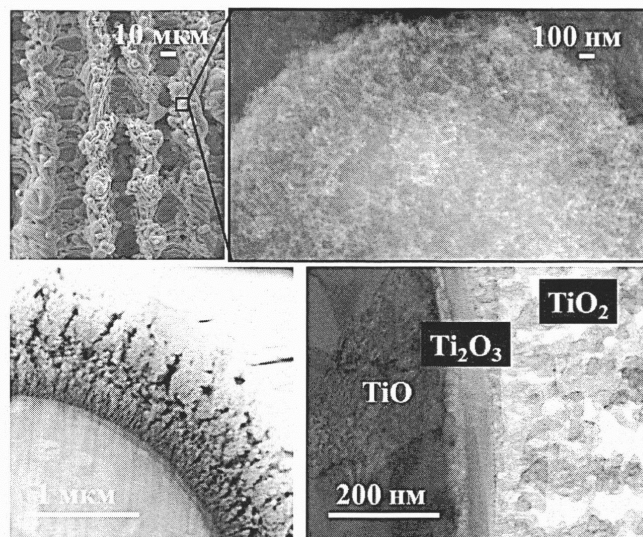
(57) Формула изобретения

Способ лазерного структурирования поверхности титановых дентальных имплантов, включающей цилиндрические части в виде резьбы и шейки, а также плоские части, заключающийся, после предварительной очистки и стерилизации поверхности импланта, в создании на поверхности импланта микроканавок с глубиной и шириной в диапазоне от 20 мкм до 30 мкм обработкой сканирующим импульсным лазером с наносекундной длительностью импульсов, отличающийся тем, что после очистки и стерилизации имплант закрепляют в наклонно-поворотном устройстве, воздействие лазерного излучения на все части поверхности импланта производят при плотности мощности излучения 630 МВт/см^2 , ориентируя имплант с помощью наклонно-поворотного устройства для обеспечения нормального падения излучения на обрабатываемую часть поверхности, при этом воздействие производят последовательно на боковые поверхности резьбы импланта, ее выступы и впадины, затем на шейку импланта с одновременным вращением импланта с линейной скоростью 5 мм/с, после чего осуществляют только сканирование лазерного излучения по плоским частям поверхности импланта с шагом 2 мкм, причем для создания каждой следующей микроканавки на всех частях поверхности импланта сканирование осуществляют с шагом 30 мкм.

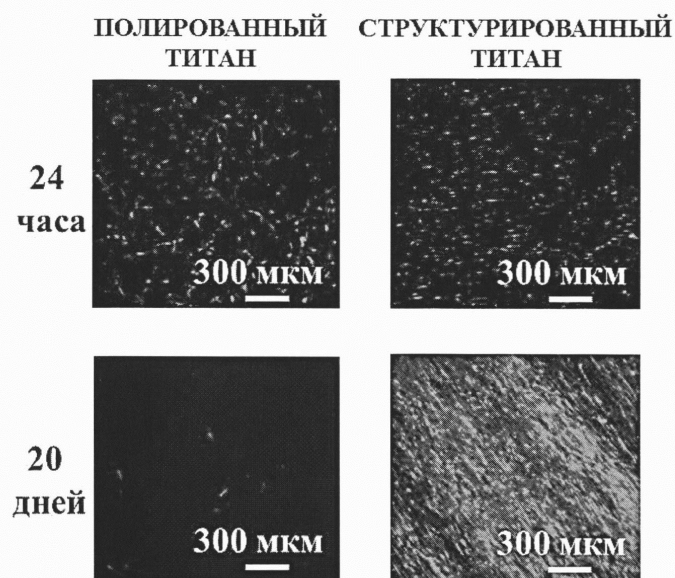
1



2



Фиг. 3



Фиг. 4