

**КИЛИНА ПОЛИНА НИКОЛАЕВНА**

**ФОРМИРОВАНИЕ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ  
АРМИРУЮЩЕГО КАРКАСА КОСТНОЙ ТКАНИ НА ОСНОВЕ  
ПОРОШКОВОГО ТИТАНОВОГО СПЛАВА СЕЛЕКТИВНЫМ ЛАЗЕРНЫМ  
ПЛАВЛЕНИЕМ**

**05.16.06 - Порошковая металлургия и композиционные материалы**

**АВТОРЕФЕРАТ**  
**диссертации на соискание ученой степени**  
**кандидата технических наук**

**Пермь 2020**

Работа выполнена в Федеральном государственном бюджетном образовательном учреждении высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет».

**Научный  
руководитель:**

**Сиротенко Людмила Дмитриевна,**  
доктор технических наук, профессор

**Официальные  
оппоненты:**

**Проничев Николай Дмитриевич,** доктор технических наук, профессор, Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Самарский национальный исследовательский университет им. акад. С.П. Королева», кафедра «Технологии производства двигателей», профессор

**Сапрыкин Александр Александрович,** кандидат технических наук, доцент, Юргинский технологический институт (филиал) федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский Томский политехнический университет», доцент

**Ведущая организация:**

Федеральное государственное автономное образовательное учреждение высшего образования «Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Защита состоится «22» декабря 2020 года в 12.00 на заседании диссертационного совета Пермского национального исследовательского политехнического университета Д ПНИПУ.05.06 по адресу 614990, г. Пермь, Комсомольский проспект, 29, ауд. 423б.

С диссертацией можно ознакомиться в библиотеке и на сайте Федерального государственного бюджетного образовательного учреждения высшего образования «Пермский национальный исследовательский политехнический университет» (сайт <http://pstu.ru>)

Автореферат разослан «30» октября 2020 г.

Ученый секретарь  
диссертационного совета  
Д ПНИПУ.05.06,  
кандидат технических наук, доцент

Кульметьева В. Б.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

**Актуальность темы.** Селективное лазерное плавление (СЛП) является одним из наиболее перспективных способов изготовления сложных по форме и структуре изделий. СЛП-технологии, базирующиеся на 3D-моделировании, внедряются в наиболее наукоемкие сферы науки и производства, в том числе и в различные области медицины, в частности, имплантологию.

В настоящее время уделяется большое внимание исследованиям возможности использования в биомедицинских целях титановых сплавов, обладающих требуемыми биомеханическими свойствами, биосовместимостью и коррозионной стойкостью. Изготовленные с их использованием имплантаты с ячеистой регулируемой структурой, подобной структуре естественной костной ткани человека, должны отвечать таким требованиям, как высокая удельная прочность, низкая жесткость и достаточная для обеспечения эффективного прорастания костных клеток и сосудов в их объемах макропористость.

СЛП-технология в сочетании с оптимизацией геометрии структуры проектируемого материала обладает огромным потенциалом для решения одной из наиболее сложных задач современной реконструктивной стоматологии, – замещение костных дефектов лицевого скелета человека. Ячеистые имплантаты с прогнозируемой геометрией, полученные методом лазерного сплавления, позволяют не только сократить сроки производственного цикла, но и решить ряд задач с учетом биологических аспектов, таких как снижение эффекта экранирования напряжений в зоне имплантата, сокращение сроков восстановления дефектов костных структур, интенсификация биологических процессов прорастания костной ткани в имплантируемое изделие.

**Степень разработанности темы.** Анализ исследований российских и зарубежных ученых, посвященных исследованию СЛП, а также структуры и свойств полученных на его основе материалов и изделий (Шишковский И.В., Попович А.А., Смуров И.Ю., Харанжевский Е.В., Ядройцев И.А., Сапрыкин А.А., Kruth J.P., Roy N.K. и др.) свидетельствуют о недостаточности объемов исследований в области разработки ячеистых материалов. Несмотря на то, что в настоящее время разработаны САД-методы проектирования и топологической оптимизации ячеистых структур (Ядройцев И.А., Попович А.А., Кузнецов В.П., Murr L.E., Mazur M., Xu Y., Mazolli A. и др.), создание на их основе имплантатов с требуемой геометрией и размерной точностью структурных элементов предполагает исследование влияния технологических параметров лазерного воздействия на размеры элементов каркаса, прочность и жесткость высокопористых ячеистых материалов (ВПЯМ), а также оценку их биомеханических свойств. В таких условиях представляются весьма актуальными комплексные исследования, включающие проектирование геометрии, разработку технологии создания имплантатов, методов прогнозирования и расчета их физико-механических свойств и клинические испытания на живых организмах.

**Цель работы** – научное обоснование и выбор геометрии макроструктуры и оптимальных технологических параметров изготовления ячеистых имплантатов на

основе порошкового титанового сплава Ti6Al4V с использованием технологии селективного лазерного плавления для замещения дефектов костных структур.

Для достижения поставленной цели решались следующие **основные задачи**:

1. Выполнить 3D-моделирование единичной ячейки решетчатой структуры каркаса костной ткани и проектирование на ее основе расчетной модели ячеистого материала с регулируемой макропористостью, имитирующего костную структуру челюстно-лицевой области человека.
2. Установить закономерности макро- и микроструктурообразования в процессе селективного лазерного плавления ВПЯМ на основе титанового сплава Ti6Al4V, разработать и научно обосновать количественные критерии технологического процесса СЛП, обеспечивающие требуемые геометрические, структурные и физико-механические показатели качества элементов решетчатого каркаса и сформированных на их основе ВПЯМ.
3. Разработать методику прогнозирования прочностных и упругих свойств металлических высокопористых материалов с регулируемой макроструктурой и на её основе установить диапазон структурных параметров ВПЯМ, обеспечивающих соответствие физико-механических свойств проектируемых образцов ВПЯМ свойствам костной ткани.
4. Методом СЛП изготовить опытные образцы имплантатов с ячеистой структурой из порошкового титанового сплава Ti6Al4V, предназначенные для замещения костных дефектов челюстно-лицевой области, и на основе комплексного исследования их свойств экспериментально подтвердить возможность использования в качестве армирующего каркаса костной ткани.
5. Исследовать процессы регенерации костных структур после внедрения имплантатов в костные ткани животных.

#### **Научная новизна.**

1. Разработана модель макроструктуры для создания порошковых ячеистых имплантатов с размерами ячейки 1–3 мм и макропорами 250–850 мкм, учитывающая архитектонику костной ткани челюстно-лицевой области и обеспечивающая ее максимальное заполнение.
2. Разработана методика прогнозирования упругих и прочностных свойств ячеистых материалов из порошка Ti6Al4V, полученных методом селективного лазерного плавления, обеспечивающая регулируемость структуры и заданные механические свойства.
3. На основе установленного влияния технологических параметров процесса селективного лазерного плавления порошка Ti6Al4V на геометрические размеры, микропористость, глубину зоны проплавления, микротвердость, размерную точность элементов каркаса ВПЯМ теоретически и экспериментально доказана возможность изготовления ячеистых конструкций с диаметрами ячеек 2–3 мм и макропористостью 90–97%, соответствующих физико-механическим свойствам костной ткани челюстно-лицевой области.

#### **Практическая и теоретическая значимость.**

1. Разработан и апробирован технологический процесс изготовления сложнопрофильных имплантатов с ячеистой макроструктурой из титанового

сплава Ti6Al4V с использованием установленного на основе проведенного комплекса экспериментальных исследований диапазона режимов селективного лазерного плавления.

2. Разработана конструкция имплантата для замещения неполных дефектов нижней челюсти и альвеолярного отростка и имплантата для замещения дефектов челюстей после удаления околокорневых кист (патенты на изобретение №2581263 и 2612123).

3. Экспериментально подтверждена эффективность применения ячеистых имплантатов на основе титанового сплава, позволяющих обеспечить ускоренное прорастание костной ткани в ячейки имплантата и увеличить степень его фиксации; увеличение макропористости с 50–74% до 90–97% позволяет сократить сроки регенерации костной ткани в 2–2,5 раза (акт внедрения).

Результаты внедрены в учебный процесс на кафедре «Инновационные технологии машиностроения» МТФ ПНИПУ по направлению подготовки магистров 15.04.01 Машиностроение дисциплины «Современные технологии прототипирования», «Технология селективного лазерного плавления», «Новые конструкционные материалы».

#### **Методы и методология исследования.**

Для достижения цели работы и решения поставленных задач использовались теоретические и эмпирические методы. Гранулометрический и элементный состав порошка определяли методами лазерной дифракции и энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного спектрального анализа, удельную поверхность – методом БЭТ. Для проектирования ячеистых конструкций использовался метод 3D моделирования. Процесс селективного лазерного плавления ВПЯМ осуществлялся на установке Realizer SLM-50. Анализ структуры исходного порошка и образцов ВПЯМ проводился с помощью оптической и электронной микроскопии. Для анализа микротопографии и фрактограмм поверхности структурных элементов ячеистых материалов использовался метод сканирующей электронной микроскопии. Получение математических зависимостей осуществлялось на основе теории планирования эксперимента и методов регрессионного анализа. Для прогнозирования и определения механических свойств ВПЯМ проводилось сравнение результатов численного и натурального эксперимента с использованием метода конечных элементов в программном пакете Ansys Workbench и установки Instron 5885H соответственно.

#### **Положения, выносимые на защиту.**

1. Методика и результаты моделирования макроструктуры имплантатов, имитирующей строение каркаса костной ткани и имеющей аналогичные упругие и прочностные свойства.

2. Результаты экспериментального исследования влияния режимов лазерного воздействия на размерную точность и качество элементов ячеистой структуры материала.

3. Методика прогнозирования прочностных и упругих свойств материала имплантатов с ячеистой структурой.

4. Методика конструирования имплантатов для замещения костных дефектов челюстно-лицевой области.
5. Технологические рекомендации и методика изготовления имплантатов с ячеистой структурой на основе порошка Ti6Al4V с требуемыми физико-механическими свойствами.
6. Конструкция имплантата для замещения дефектов челюстно-лицевой области.
7. Методика экспериментального обоснования эффективности применения имплантатов на основе Ti6Al4V, имеющих ячеистую структуру, для замещения костных дефектов.

**Степень достоверности.** В диссертационной работе представлены результаты, полученные с использованием современных технических средств, аналитических приборов. Достоверность исследований подтверждена методами статистической обработки и воспроизводимостью экспериментальных данных.

**Личный вклад автора** заключается в постановке цели и задач работы, планировании и проведении экспериментальных и исследовательских работ, моделировании макроструктуры имплантатов с заданными упругими и прочностными свойствами, обработке полученных данных и анализе результатов, формулировании основных положений и выводов, подготовке публикаций по материалам исследования.

**Апробация результатов работы.** Основные результаты диссертационной работы доложены и обсуждены на Международных научно-практических конференциях «Инновационные технологии в машиностроении и материаловедении – ИТММ (г. Пермь, 2014, 2019 г.), на Международной научной конференции «Аддитивные технологии: настоящее и будущее» (г. Москва, 2015 г.), на Всероссийской научно-практической конференции «Инновационные технологии в машиностроении» (г. Пермь, 2015 г.), на Всероссийской научно-практической конференции «Фундаментальные и прикладные исследования в области материаловедения и машиностроения 2015» (г. Пермь, 2015 г.), на Всероссийской научно-практической конференции с международным участием «Новые технологии, материалы и оборудование российской авиакосмической отрасли» (г. Казань, 2018 г.), на международной научно-технической конференции, посвященной 85-летию со дня рождения академика В.Н. Анциферова «Актуальные проблемы порошкового материаловедения» (г. Пермь, 2018 г.), на Международной научно-практической конференции «Электрофизические методы обработки в современной промышленности» (г. Пермь, 2017 – 2019 г.).

**Публикации.** По материалам диссертационного исследования опубликовано 24 печатные работы: в том числе 7 статей в журналах, входящих в перечень изданий, рекомендованных ВАК РФ, 4 статьи в изданиях, индексируемых в Scopus, 2 патента РФ на изобретение. 8 тезисов докладов на российских и международных конференциях, 1 глава в коллективной монографии.

**Структура и объем работы.** Диссертационная работа состоит из введения, пяти глав, общих выводов, содержит 176 страниц текста, в том числе 69 рисунков, 23 таблицы, 2 приложения. Список литературы содержит 126 источников информации.

## ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИОННОЙ РАБОТЫ

**Во введении** приведено обоснование актуальности темы диссертационного исследования, степень ее разработанности, показаны основные тенденции в области формирования ячеистых конструкций медицинского назначения методами селективного лазерного плавления. Сформулированы научная новизна, практическая значимость работы и положения, выносимые на защиту.

**В первой главе** проведен анализ современного состояния вопросов получения и формирования свойств ВПЯМ и конструкций на их основе. Представлены существующие подходы и методы имплантологии костных тканей, обозначены комплексные требования к материалам, замещающим костную ткань.

В качестве материалов для биосовместимых имплантатов с требуемым комплексом физико-механических свойств широкое применение находят титановые сплавы, однако вопросы формирования структуры и свойств высокопористых имплантатов на их основе методом СЛП, а также их поведение в реальных условиях механического нагружения являются недостаточно изученными. На основе анализа литературных данных определены цель и задачи исследования, решение которых необходимо для ее достижения.

**Во второй главе** приведены характеристики применяемых для экспериментальных исследований материалов, используемого технологического и исследовательского оборудования, представлены методики планирования, проведения и обработки результатов экспериментов.

Для исследования исходного порошка Ti6Al4V и полученных образцов использовались методы оптической (Olympus GX 51) и электронной микроскопии (Phenom G2 Pro, VEGA3 Tescan – совмещен с энергодисперсионным спектрометром Quantax). Гранулометрический состав порошка определялся с помощью лазерного дифракционного анализатора размера частиц Analysette 22 NanoTec (Fritsch), удельная поверхность – на хроматографе Sorbi 4.1 (Meta).

Изготовление опытных образцов и изделий проводилось методом селективного лазерного плавления в защитной атмосфере аргона высокой чистоты с содержанием кислорода не более 0,001 об. % на установке Realizer SLM-50, оснащенной иттербиевым волоконным лазером мощностью 100 Вт.

Микропористость определяли металлографическим методом с помощью системы цифровой обработки изображения «ВидеоТест», микротвердость – на твердомере ПМТ-3. Исследование микроструктуры полученных образцов осуществлялось на полированных и травленых шлифах, травление поверхности производилось концентрированной плавиковой и азотной кислотами. Полнопрофильный рентгеноструктурный анализ выполнялся с помощью дифрактометра XRD-6000 (Shimadzu).

Моделирование механических свойств ячеистых конструкций осуществлялось с помощью программного пакета Ansys Workbench, физико-механические характеристики определялись на универсальной напольной испытательной машине Instron 5885Н в соответствии с международным стандартом ISO 13314:2011 «Механические испытания металлов. Испытания на пластичность. Испытания пористых и ячеистых металлов».

Экспериментальные исследования по вживлению ячеистых имплантатов лабораторным животным были выполнены в Центральной научно-исследовательской лаборатории Пермского государственного медицинского университета им. акад. Е.А. Вагнера.

**Третья глава** посвящена определению технологических параметров процесса селективного лазерного плавления для обеспечения геометрических, структурных, упругих и прочностных характеристик периодической конструкции на основе ячеек Вигнера-Зейтца (рисунок 1), имитирующей архитектуру костной ткани.

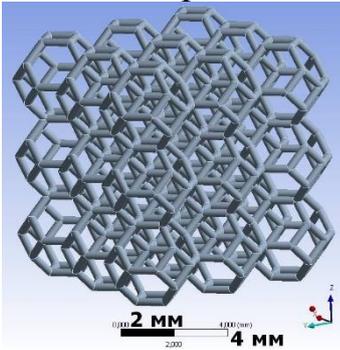


Рисунок 1 – 3D модель ячеистой структуры

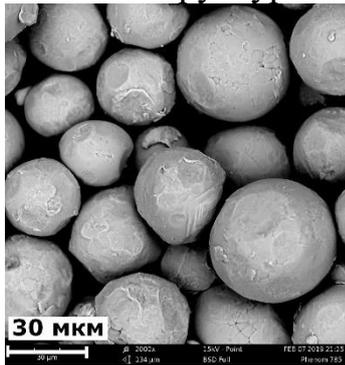


Рисунок 2 – СЭМ-изображение порошка Ti6Al4V (2000 х)

Диаметры ячеек и перемычек челюстных имплантатов составили диапазон 1–3 мм и 0,2–0,3 мм соответственно, позволяющий обеспечивать макропористость, необходимую для извлечения неспеченного порошка и прорастания костной ткани в ячейки имплантата.

Частицы порошка Ti6Al4V, полученного методом плазменной атомизации, характеризовались преимущественно сферической формой (рисунок 2); размеры находились в диапазоне от 13,46 до 57,89 мкм,  $d_{10}=27,84$  мкм,  $d_{50}=39,48$  мкм,  $d_{90}=51,92$  мкм. Величина удельной поверхности составила 0,14 м<sup>2</sup>/г, насыпная плотность, плотность утряски и текучесть – 2,3 г/см<sup>3</sup>; 2,7 г/см<sup>3</sup> и 19 с/50г соответственно.

В результате экспериментальных исследований плавления дорожек на основе порошка Ti6Al4V, имитирующих геометрию перемычек ячеистого материала, выявлены технологические режимы, которые характеризовались формированием стабильных образцов с равномерным проплавлением по всему объему и наличием частиц, формирующих шероховатость поверхности, необходимую для адгезии

клеток костной ткани с поверхностью перемычек имплантата.

Регрессионные зависимости, устанавливающие влияние технологических режимов процесса лазерного плавления на геометрические и макроструктурные характеристики перемычек ячеистых материалов, имеют вид:

$$b = 101,77 + 0,85P + 1,65t - 2,41L + 0,07Pt - 0,005PL - 0,02tL - 0,003PtL \quad (1)$$

$$z = 157,84 + 0,68P - 6,25t - 5,33L + 0,18Pt - 0,02PL - 0,27tL - 0,006PtL \quad (2)$$

$$HV = 312,2 + 0,91P + 1,58t + 0,56L - 0,014Pt - 0,04PL - 0,07tL + 0,0009PtL \quad (3)$$

$$Pi = 0,003P + 0,02t + 0,02L + 0,07Pt - 0,0009tL - 0,53 \quad (4)$$

$$Pi2 = 0,82 - 0,03P - 0,06t - 0,04L + 0,002Pt + 0,003PL - 0,004tL - 0,0001PtL \quad (5)$$

$$\Delta = 0,031 - 0,0016P - 0,0039t + 0,0016L + 0,0001Pt + 0,00006PL + 0,0001tL \quad (6)$$

$$- 0,000005PtL,$$

где  $P$  – мощность лазерного излучения, Вт;  $t$  – время засветки, мкс;  $L$  – расстояние между точками засветки, мкм;  $b$  – ширина дорожки, мкм;  $z$  – глубина проплавления, мкм;  $HV$  – микротвердость, HV;  $Pi$  – микропористость в поперечном направлении,

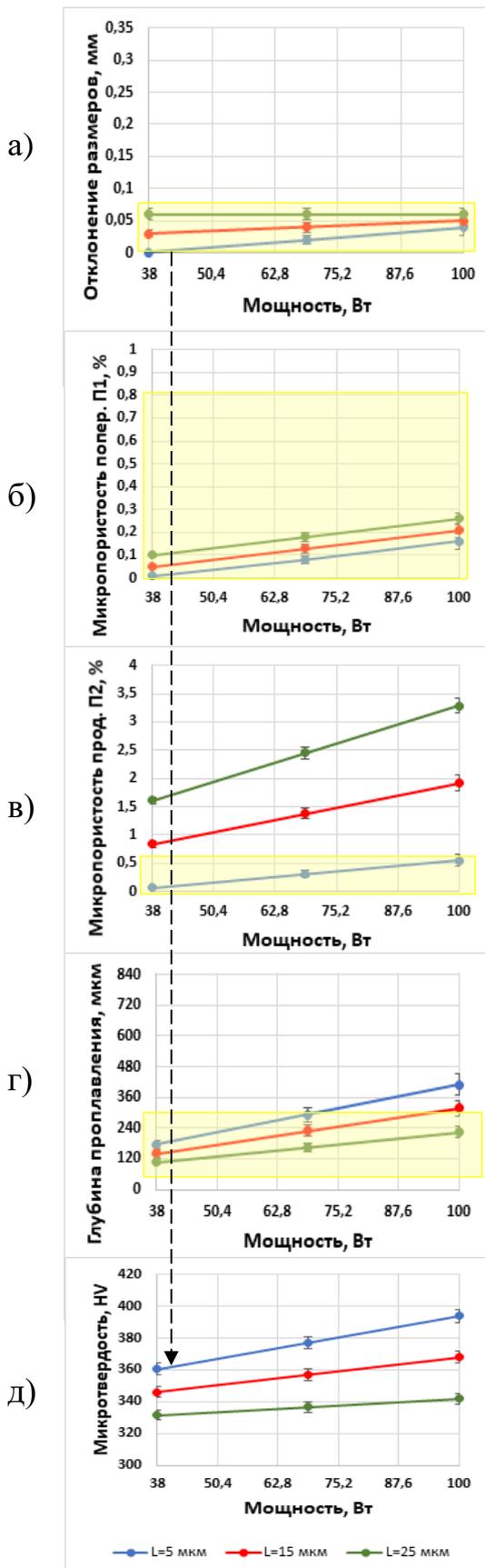


Рисунок 3 – Выбор параметров лазерной обработки при  $t=20$  мкс:

- а) отклонения размеров  $\Delta$ , мм; б) микропористость в поперечном направлении  $P_1$ , %; в) микропористость в продольном направлении  $P_2$ , %; г) глубина проплавления  $z$ , мкм; д) микротвердость, HV

%;  $P_2$  – микропористость в продольном направлении, %;  $\Delta$  – отклонение геометрических размеров сплавленных дорожек от 3D модели, мм.

Анализ экспериментальных результатов показал, что при  $b < 150$  мкм наблюдается недопустимое истончение перемычек, при  $b > 350$  мкм образуется недостаточная и закрытая макропористости в ячейках заданных диаметров 1–3 мм. Технологические рекомендации по выбору режимов СЛП для получения требуемых геометрических и макроструктурных характеристик перемычек ячеистых материалов при  $t=20$  мкс приведены на рисунке 3.

На основе комплексного анализа требований, предъявляемых к элементам структуры ячеистых материалов, а также с учетом качественных и количественных характеристик полученных дорожек установлены диапазоны значений технологических параметров СЛП, обеспечивающие получение перемычки с заданными по 3D модели геометрическими размерами, отклонения которых не превышают размеры частиц порошка ( $\Delta < 0.06$  мм), микропористостью менее 0,8% в продольном и поперечном направлениях, глубиной проплавления, не превышающей толщину перемычек (желтая область на графиках):

1. при  $t = 20$  мкс:  $L = 5-10$  мкм,  $P = 38-80$  Вт и  $L = 15$  мкм,  $P = 44-48$  Вт;
2. при  $t = 40$  мкс:  $L = 5-10$  мкм,  $P = 38-54$  Вт и  $L = 15$  мкм,  $P = 40-48$  Вт;
3. при  $t = 60$  мкс:  $L = 5-15$  мкм,  $P = 38-48$  Вт и  $L = 25$  мкм,  $P = 60-84$  Вт.

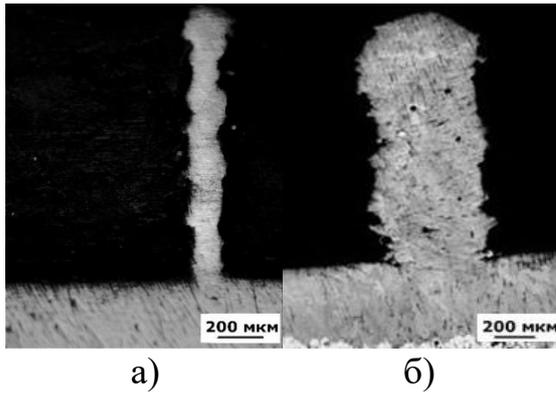


Рисунок 4 – Распределение микропористости в поперечном  $\Pi_1$  направлении при:  
 а)  $P=38$  Вт,  $t=20$  мкс,  $L=5$  мкм;  
 б)  $P=100$  Вт,  $t=60$  мкс,  $L=5$  мкм

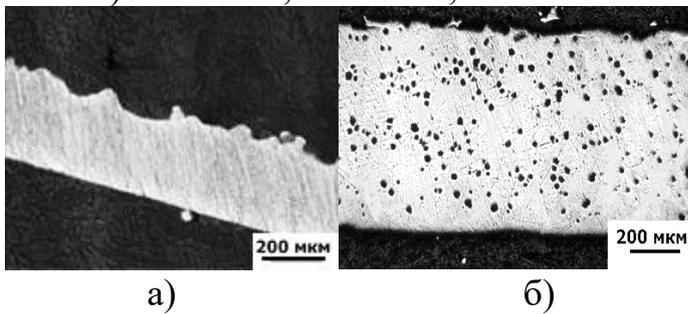


Рисунок 5 – Распределение микропористости дорожек в продольном  $\Pi_2$  направлении при:  
 а)  $P=38$  Вт,  $t=20$  мкс,  $L=5$  мкм;  
 б)  $P=100$  Вт,  $t=60$  мкс,  $L=5$  мкм



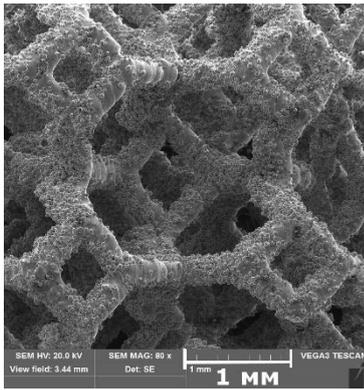
Рисунок 6 – Глубина проплавления при:  
 а)  $P=38$  Вт,  $t=20$  мкс,  $L=5$  мкм;  
 б)  $P=100$  Вт,  $t=60$  мкс,  $L=5$  мкм

При сочетании параметров, выходящих за указанный диапазон (например,  $P=100$  Вт,  $t=60$  мкс,  $L=5$  мкм при значении объемной плотности энергии  $EV=40$  Дж/мм<sup>3</sup>) наблюдается микропористость порядка 0,8–3,7 % в поперечном и продольном направлении,  $\Delta=0,3$  мм, максимальная глубина проплавления 0,8 мм и микротвердость 406 HV<sub>0,1</sub> (рисунок 4–6 б). Минимальная микропористость дорожек, составляющая 0,02–0,07%, в сочетании с минимальными отклонениями геометрических размеров от 3D модели порядка  $\Delta=0,01$  мм, глубиной проплавления 0,175 мм и микротвердостью 360 HV<sub>0,1</sub> достигается при мощности  $P=38$  Вт, времени засветки  $t=20$  мкс, расстоянии между точками засветки  $L=5$  мкм при  $EV=5,1$  Дж/мм<sup>3</sup> (рисунок 4–6 а).

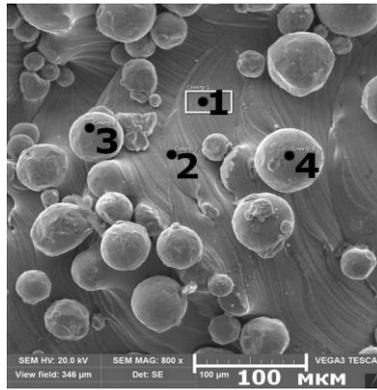
СЭМ-изображения ячеистого материала, полученного методом СЛП и поверхности перемычки представлены на рисунке 7. Перемычки отличаются стабильностью размеров, заданных по 3D модели, отклонения не превышают

0,01 мм, микропористость в поперечном и продольном направлении находится в диапазоне 0,02–0,06%. Химический состав образцов, полученных методом СЛП, соответствует составу исходного порошка, а также российским и международным стандартам для изделий медицинского назначения (таблица 1).

Металлографические исследования показали, что перемычки ВПЯМ имеют видманштеттену структуру, ориентировка которой зависит от угла наклона в ячеистом материале, ее наличие также подтверждается результатами рентгеноструктурного анализа, выявившими в основном гексагональную фазу Ti ( $\alpha'$ ) (рисунок 8–9). Параметры решетки ГПУ составили  $a=2,9398$  Å;  $c=4,6790$  Å, размер области когерентного рассеяния ОКР – 23 нм.



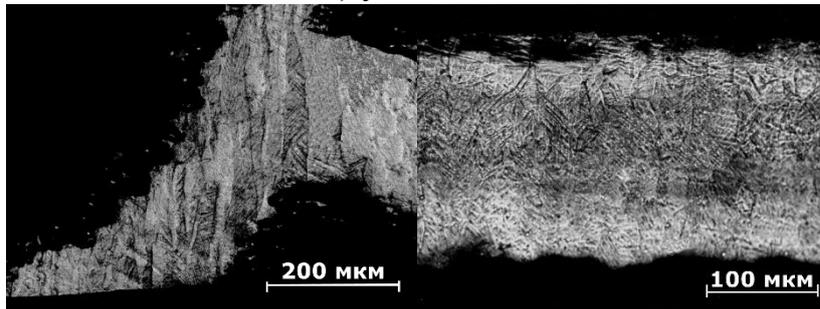
а)



б)

Таблица 1 – Элементный состав участков перемычки ВПЯМ

Номер спектра рис.7	Содержание элементов, масс.%		
	Al	V	Ti
1	5,99	3,52	Остальное
2	6,08	4,40	Остальное
3	6,33	3,69	Остальное
4	5,92	4,09	Остальное

Рисунок 7 – СЭМ-изображение ВПЯМ: а) ВПЯМ с диаметрами ячейки  $D=2$  мм и перемычки  $d=0,25$  мм (80 х); б) участки для элементного анализа (800 х)

а)

б)

Рисунок 8 – Микроструктура перемычки: а) 200 х; б) 500 х

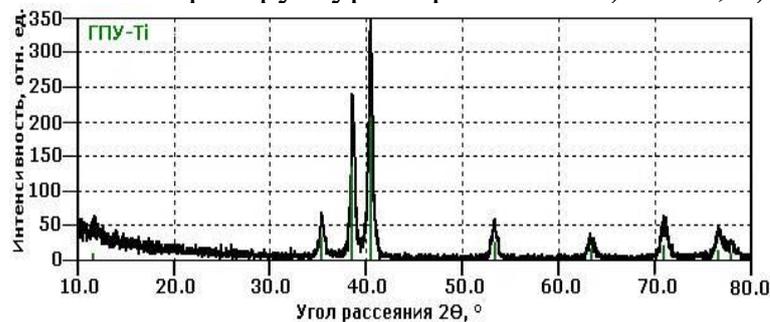


Рисунок 9 – Дифрактограмма образцов, полученных методом СЛП

**Четвертая глава** посвящена численному, экспериментальному и аналитическому исследованию физико-механических свойств и процессов разрушения конструкций (рисунок 1) с диаметрами ячейки  $D=1, 2$  и  $3$  мм и диаметрами перемычек  $d=0,2; 0,25; 0,3$  мм.

Математическая постановка задачи включала в себя следующие уравнения:

- уравнение равновесия:

$$\operatorname{div} \boldsymbol{\sigma} = 0, \boldsymbol{x} \in V, \quad (7)$$

где  $\boldsymbol{\sigma}(\boldsymbol{x})$  – тензор напряжений;  $\boldsymbol{x}$  – радиус – вектор точки;  $V$  – объем пространства, занятый моделью конструкции, представленной на рисунке 1;

- геометрические соотношения Коши:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2} (\nabla \boldsymbol{u} + (\nabla \boldsymbol{u})^T), \boldsymbol{x} \in V, \quad (8)$$

где  $\boldsymbol{\varepsilon}(\boldsymbol{x})$  – тензор упругой деформации;  $\boldsymbol{u}(\boldsymbol{x})$  – вектор перемещений;

- закон Гука:

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{C} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}, \mathbf{x} \in V, \quad (9)$$

где  $\mathbf{C}$  – тензор упругих констант четвертого ранга;

- граничные условия в перемещениях и напряжениях:

$$\mathbf{u} = 0, \mathbf{x} \in S_u, \quad (10)$$

$$\boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{n} = \mathbf{P}, \mathbf{x} \in S_\sigma, \quad (11)$$

где  $S_u$  – часть границы с заданными перемещениями;  $\mathbf{P}(\mathbf{x})$  – вектор напряжений;  $S_\sigma$  – части границы с заданными нагрузками.

Для оценки прочностных и упругих характеристик ячеистых образцов проведен анализ напряженно-деформированного состояния конструкции, представленной на рисунке 1. Граничные условия (10) предполагали отсутствие перемещений узлов в основании, граничные условия (11) – приложение внешней сжимающей нагрузки к узлам в верхней плоскости конструкции.

Для оценки прочности материала имплантата  $\sigma_6^{\text{ВПЯМ}}$  в направлении сжатия предложено использовать следующее выражение:

$$\sigma_6^{\text{ВПЯМ}} = \left( \frac{F \cdot N}{S} \right)_{\sigma_{\text{экв max}} = \sigma_T}, \quad (12)$$

где  $F$  – узловая сила, Н;  $N$  – число узлов в верхней плоскости конструкции;  $S$  – площадь приложения давления, рассчитываемая как квадрат трех диаметров ячейки Вигнера-Зейтца, м<sup>2</sup>;  $\sigma_{\text{экв max}}$  – максимальное эквивалентное напряжение в структурных элементах представительного объема, МПа;  $\sigma_T$  – предел текучести титанового сплава Ti6Al4V, МПа.

Соотношение (12) определяет прочность на сжатие высокопористых металлических материалов как отношение такой внешней сжимающей нагрузки к площади поперечного сечения представительного объема ячеистого образца, при которой максимальные эквивалентные напряжения в структурных элементах ВПЯМ достигли предела текучести материала-основы. Приведенный модуль упругости ячеистой конструкции был определен с учетом расчетных данных о перемещениях плоскости приложения нагрузки в направлении действия внешнего давления в соответствии с выражением:

$$E_{np}^{\text{ВПЯМ}} = \frac{P \cdot h}{\Delta h}, \quad (13)$$

где  $P$  – внешнее прикладываемое давление, МПа;  $h$  – высота конструкции, м;  $\Delta h$  – перемещение в направлении прикладываемого давления, определяемое в результате решения, м.

Распределение напряжений по Мизесу для конструкции с диаметрами ячейки 3 мм и перемычки 0,3 мм представлены на рисунке 10. На рисунке 11 приведена зависимость модуля упругости  $E_{np}^{\text{ВПЯМ}}$  и предела прочности  $\sigma_6^{\text{ВПЯМ}}$  от параметров ячеистой конструкции для  $D=1-3$  мм,  $d=0,2-0,3$  мм. Максимальные расчетные напряжения и деформации выявлены в узлах ячеек, так как они воспринимают узловую силу и изгибающий момент, меньшие значения наблюдаются в перемычках, предполагаемое разрушение узловых элементов конструкции подтверждается СЭМ-изображениями ячеистых образцов, полученных методом СЛП, после механических испытаний на сжатие (рисунок 12, 13).

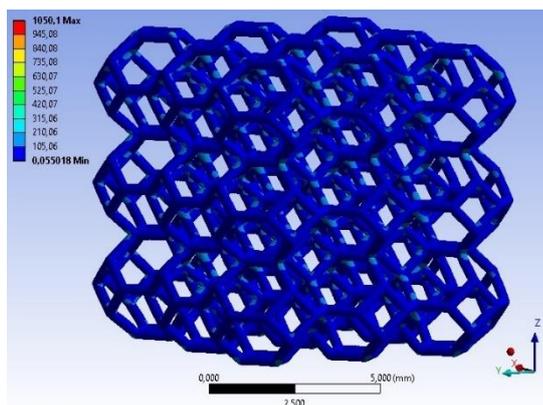


Рисунок 10 – Напряжения по Мизесу, МПа для конструкции с  $D = 3$  мм и  $d=0,3$  мм

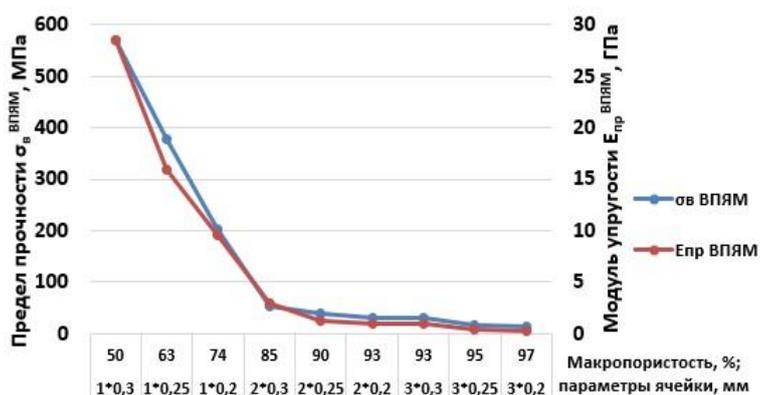
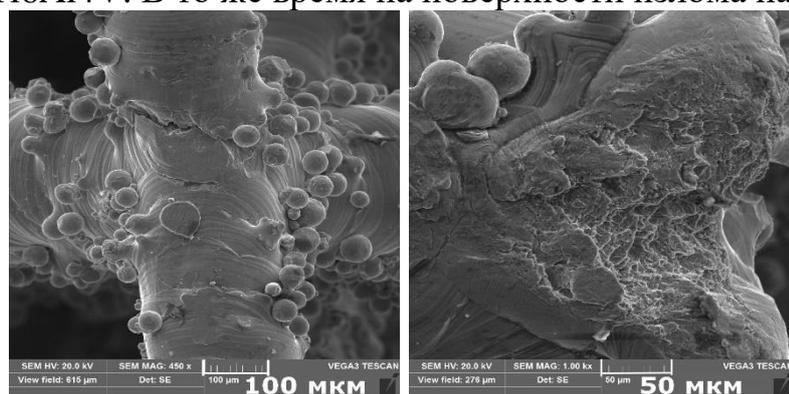


Рисунок 11 – Зависимость предела прочности  $\sigma_6^{ВПЯМ}$  и модуля упругости  $E_{нр}^{ВПЯМ}$  от макропористости  $\Pi$ , параметров ячейки  $D$  и  $d$

В результате фрактографических исследований (рисунок 12 б) установлено, что поверхность изломов главным образом представлена массивом неглубоких ямок, имеющих небольшие размеры порядка 2–4 мкм, что свидетельствует в целом о вязком разрушении перемычек ячеистых материалов из титанового сплава Ti6Al4V. В то же время на поверхности излома наблюдаются локальные области



а)

б)

Рисунок 12 – Результаты разрушения ячеистой конструкции: а) развитие трещины в узле (450 х); б) излом (1000 х)

ячеистых образцов с диаметром ячеек 3 мм и диаметром перемычек 0,3 мм, диаграммы для остальных сочетаний диаметров ячеек и перемычек имеют аналогичный характер. Под действием сжимающих и растягивающих напряжений в отдельных элементах ячеистой структуры в области линейной упругой деформации на ее завершающей стадии начинают развиваться процессы, приводящие к перегрузке ячеистой конструкции и разрушению отдельных перемычек или их слоя при достижении текущих локальных пиковых значений сжимающего напряжения. Можно отметить циклический характер разрушения ячеистых образцов, наблюдаются сменяющие друг друга возрастания и срывы нагрузок, связанные с переходом от деформации перемычек к уплотнению материала за счет разрушения ячеек.

с размерами до 20 мкм, имеющие гладкую поверхность, которые являются следствием хрупкого разрушения. Таким образом, вид излома перемычек ячеистого материала из титанового сплава Ti6Al4V – вязкий с локальными элементами хрупкого разрушения.

На рисунке 14 представлена диаграмма деформирования при сжатии

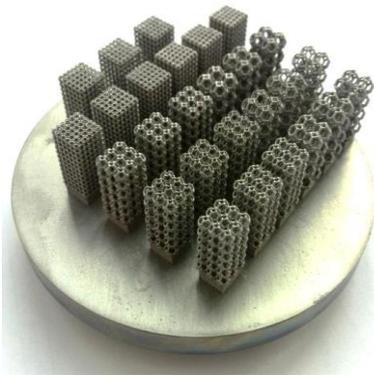


Рисунок 13 – Ячеистые образцы с различной макропористостью

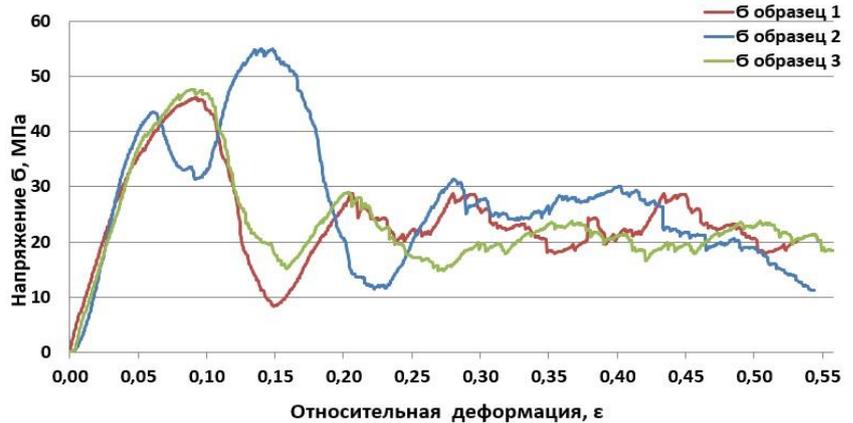


Рисунок 14 – Диаграмма деформирования при сжатии образцов с  $D=3$  мм и  $d=0,3$  мм

Механические испытания ячеистых материалов, полученных методом СЛП, показали соответствие экспериментальных данных расчетным параметрам, отклонение составляет 5–15% (рисунок 15). Средние значения предела прочности трабекулярной кости человека находятся в пределах 1,2 – 80 МПа, модуля упругости - от 0,02 до 4 ГПа в зависимости от возраста, расположения и др. (желтая область рисунка 15).

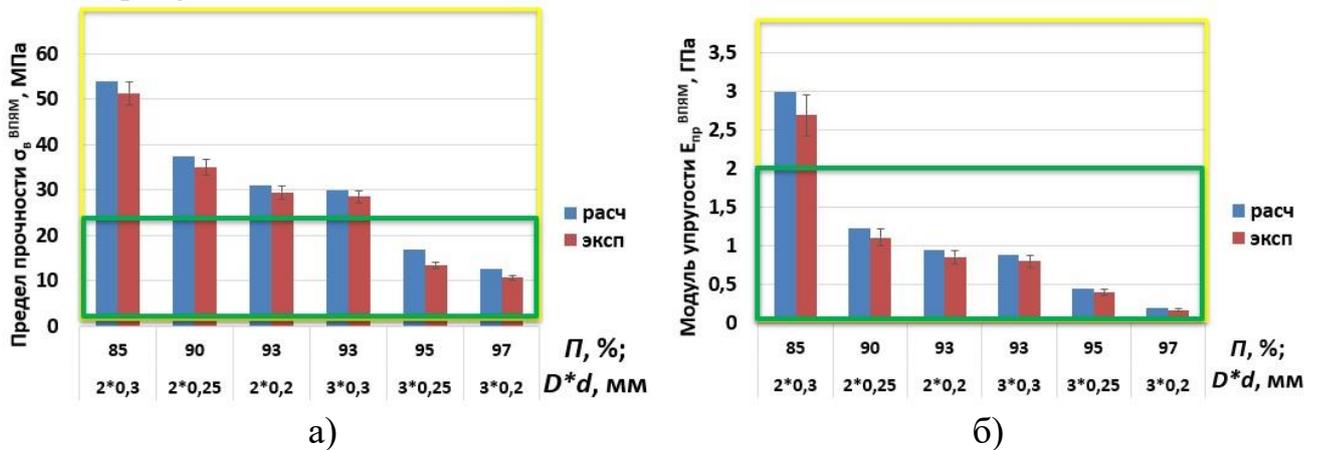


Рисунок 15 – Зависимость предела прочности  $\sigma_{\text{впям}}$  (а) и модуля упругости конструкции  $E_{\text{впям}}$  (б) в интервале изменения макропористости  $P$ , параметров  $D$  и  $d$  макрогеометрии ВПЯМ при создании имплантатов

Для предела прочности трабекулярной составляющей кости челюсти наиболее характерны значения прочности 1,2 - 22 МПа, модуля упругости – от 0,02 до 2 ГПа (зеленая область рисунка 15). Предел прочности ячеистых конструкций находится в диапазоне, соответствующем интервалу изменения предела прочности костной ткани, или превышает его, наиболее близкие значения к модулю упругости кости, не превышающие его имеют конструкции с ячейками 2 и 3 мм. Ячеистые образцы с макропористостью 90–97%, пределом прочности в диапазоне 12,47 – 37,5 МПа, модулем упругости 0,19 – 1,23 ГПа отвечают требованиям, предъявляемым к имплантатам для замещения костной ткани.

**В пятой главе** представлены этапы формирования опытных ячеистых образцов имплантатов из титанового сплава Ti6Al4V методом селективного лазерного плавления для замещения костных дефектов челюстно-лицевой области и исследование процессов регенерации костных структур после внедрения имплантатов лабораторным животным.

На основе компьютерной визуализации дефектов кости человека проводилось компьютерное моделирование имплантатов с ячеистой структурой Вигнера-Зейтца, были разработаны конструкции для замещения неполных дефектов нижней челюсти и альвеолярного отростка с элементами крепления и для замещения дефектов челюстей после удаления околокорневых кист (патент №2581263, №2612123).

Проведенный комплекс исследований по вживлению имплантатов (рисунок 16, 17) свидетельствует о том, что активные процессы прорастания тканей в ячейки обнаружены через 2 недели после вживления, выявлены легкая I и средняя II степени фиксации импланта с костной тканью. Образцы имеют развитую поверхность перемычек за счет приплавленных частиц (рисунок 16 б), которые увеличивает их площадь контакта с новообразованной костной тканью, что способствует клеточной адгезии, возникновению биологической фиксации и ускорению прорастания костной ткани. Минимальный сквозной размер пор составляет 250 мкм, что достаточно для свободного проникновения эритроцитов, формирования сети кровеносных сосудов и снабжения костных клеток питательными веществами.

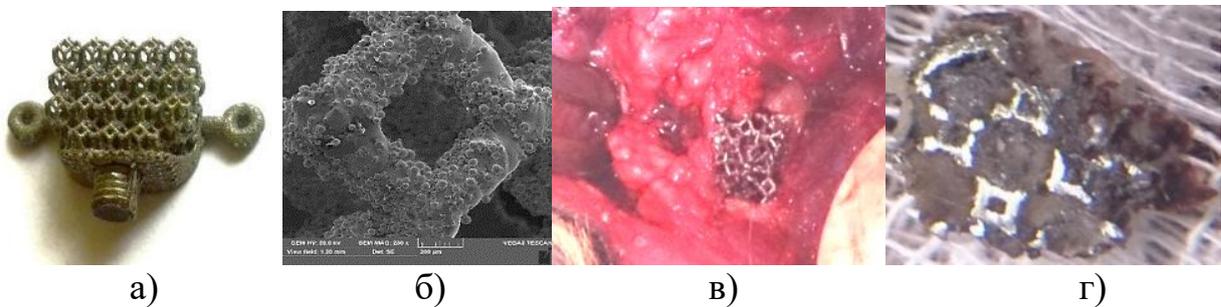


Рисунок 16 – Результаты вживления имплантатов: а) челюстной ячеистый имплантат, полученный СЛП; б) поверхность перемычек; в) вживление челюстного ячеистого имплантата; г) ячейки, заполненные костной тканью



Рисунок 17 – Формирование биологической ткани в ячейках:  
а)  $D = 1$  мм;  $d=0,2$ мм; б)  $D = 2$  мм;  $d=0,25$  мм; в)  $D = 3$  мм;  $d=0,3$  мм

Исследования влияния макрогеометрии ячеек ВПЯМ на кинетику прорастания костной ткани в имплантируемое изделие показали, что увеличение размера ячейки и уменьшение толщины перемычки положительно влияют на процессы регенерации костной ткани, увеличивают степень фиксации и обеспечивают прочность сцепления. В процессе изучения механизмов прорастания обнаружено, что заполнение ячеек начинает происходить от периферических отделов к центральным (рисунок 17). Активная фаза формирования грубоволокнистой костной ткани с увеличением ее плотности и объема в заполненных ячейках начинается в сроки от 4 до 9 месяцев, обнаруживаются III и IV степени фиксации, которые в основном представлены имплантатами с ячейками 2 и 3 мм с пористостью 90–97%.

### ЗАКЛЮЧЕНИЕ

1. Разработана модель макроструктуры ячеистых имплантатов с размерами ячейки 1–3 мм и макропорами 250–850 мкм, обладающая наибольшей степенью соответствия трабекулярной организации кости челюстно-лицевой области и обеспечивающая ее равномерное прорастание в ячейки и максимальное заполнение пространства дефектов челюстно-лицевой области.
2. В результате математического моделирования и экспериментальных исследований процессов сплавления дорожек, имитирующих геометрию перемычек конструируемого ячеистого имплантата, установлены режимы лазерного излучения, при которых в процессе СЛП формируются геометрические, физико-механические и структурные параметры материала перемычек конструируемого ВПЯМ, обеспечивающие требуемые прочностные и упругие свойства имплантатов, созданных на его основе.
3. На основании расчетов установлено, что минимальная микропористость перемычек, составляющая 0,02–0,07% в продольном и поперечном направлении в сочетании с минимальными отклонениями геометрических размеров от 3D модели порядка  $\Delta = 0,01$  мм достигается при мощности  $P=38$  Вт, времени засветки  $t=20$  мкс, расстоянии между точками засветки  $L=5$  мкм при значении объемной плотности энергии 5,1 Дж/мм<sup>3</sup>.
4. В результате численного моделирования выбрана оптимальная геометрия макроструктуры решетчатого каркаса имплантата, направленная на обеспечение идентичности упругих, прочностных свойств проектируемой ячеистой конструкции и костной ткани. Предложен критерий для определения предела прочности и модуля упругости ВПЯМ, установлено, что изготовленные из титанового сплава конструкции с диаметрами ячеек 2–3 мм и макропористостью 90–97%, имитирующие структуру костной ткани челюстно-лицевой области, характеризуется прочностью на сжатие 12,47 – 37,5 МПа и модулем упругости 0,19–1,23 ГПа, что соответствует свойствам костной ткани.
5. Методом СЛП изготовлены опытные модельные образцы ячеистого материала из титанового сплава Ti6Al4V с геометрическими параметрами макроструктуры, идентичными характеристикам костной ткани, экспериментально установлено, что прочность на сжатие и модуль упругости данных материалов соответствует

расчетным параметрам, отклонение составляет 5–15%. На основании фрактографических исследований установлено, что вид излома перемычек ячеистого материала на основе Ti6Al4V – вязкий с локальными элементами хрупкого разрушения.

6. В результате металлографических исследований и рентгеноструктурного анализа установлено, что перемычки ВПЯМ имеют вид манштеттену структуру с параметрами решетки ГПУ  $a = 2,9398 \text{ \AA}$ ;  $c = 4,6790 \text{ \AA}$ ; размер области когерентного рассеяния составил 23 нм.

7. На основе комплексных численных экспериментов и технологических исследований выполнено проектирование имплантатов сложнопрофильной формы для замещения костных дефектов с последующим изготовлением методом СЛП конструкций имплантатов для медицинских испытаний на лабораторных животных.

8. В результате экспериментального исследования процессов регенерации после введения имплантатов в костные ткани лабораторных животных, выявлено, что сроки приживания составили 4–9 месяцев, образцы с диаметрами ячеек 2–3 мм и макропористостью 90–97% характеризуются максимальной IV степенью фиксации имплантатов.

## **СПИСОК ОСНОВНЫХ РАБОТ, ОПУБЛИКОВАННЫХ АВТОРОМ ПО ТЕМЕ ДИССЕРТАЦИИ**

### **Статьи, опубликованные в изданиях ВАК РФ:**

1. Килина, П.Н. Исследование режимов селективного лазерного плавления металлических порошков/ П.Н. Килина, Е.А. Морозов, Л.Д. Сиротенко, А.М. Ханов // Современные проблемы науки и образования. –2014.– № 6. – С.133.
2. Килина, П.Н. Формирование образцов с ячеистой структурой методом селективного лазерного спекания металлических порошков/ П.Н. Килина, А.А. Дроздов, Л.Д. Сиротенко // Металлообработка. – 2015. – № 3(87). – С. 29–31.
3. Килина, П.Н. Исследование процесса селективного лазерного спекания титанового порошка/П.Н. Килина // Современные проблемы науки и образования. – 2015. – № 2(58). – С.162.
4. Килина, П.Н. Создание имплантатов с ячеистой структурой методом селективного лазерного спекания/ П.Н. Килина, Е.А. Морозов, А.М. Ханов // Известия Самарского научного центра Российской академии наук. – 2015. – Т. 17. –№ 2(4). – С. 779 –781.
5. Килина, П.Н. Исследование металлического порошка на основе титана для селективного лазерного плавления / П.Н. Килина, Е.А. Морозов, С.Е. Порозова, И.В. Солнышков // Современные проблемы науки и образования. –2015. – № 2. – ч. 2. – С. 143.
6. Килина, П.Н. Анализ механических свойств ячеистых материалов, полученных методом селективного лазерного сплавления / П.Н. Килина, Л.Д. Сиротенко, Н.В. Трапезников, Е.А. Морозов, Т.Р. Абляз, К.Р. Муратов // Металлообработка. –2019. – № 2(110). – С. 29–34.

7. Килина, П.Н. Исследование процесса послойного лазерного сплавления порошка титана Ti6Al4V/ П.Н. Килина, Е.А. Морозов, Е.В. Матыгуллина, Т.Р. Абляз// *Металлообработка*. – 2019. – № 2(110). – С. 25–28.

**Статьи, опубликованные в изданиях, индексируемых в базе Scopus:**

8. Kilina, P.N. Using rapid prototyping technologies for creating implants with cellular structure/ P.N. Kilina, E.A. Morozov, A.M. Hanov, V.P. Vasilyuk, L.D Sirotenko// *Biosciences Biotechnology Research Asia*. –2015.– Vol. 12. – Iss. 2. – P. 1691-1698.

9. Shumkov, A.A. Using the technology of layer-by-layer synthesis of photopolymer material during the manufacturing of medical prototype implants/ A.A. Shumkov, A.M Hanov, T.R. Ablyaz. E.A. Morozov, P.N. Kilina, D.O. Pustovalov // *Biosciences Biotechnology Research Asia*. –2015. –Vol. 12. – Iss. 2. – С. 1777–1785.

10. Гридина, В.О. Биомеханический анализ капы, изготовленной из полиамида, армированного наноразмерным диоксидом титана/ В.О. Гридина, Г.И. Рогожников, Ю.В. Каракулова, О.А. Шулятникова, В.Н. Никитин, П.Н. Килина // *Российский журнал биомеханики*. –2019. – Т23. – № 1. – С.79-87. Переводная версия: *Russian Journal of Biomechanics*. – 2019. – Vol. 23. – Iss. 2. – P. 67–73.

11. Гилев, В.Г. Лазерная закалка поверхностей пар трения, изготовленных из псевдосплава сталь-медь/ В.Г. Гилев, Е.А. Морозов, П.Н. Килина, Л.Д. Сиротенко // *СТИН*. – 2015. – № 7. С. 25-28. Переводная версия: *Russian Engineering Research*. – 2016. – Vol. 36. – Iss. 2. – P. 152-155.

**Патенты:**

12. Имплантат для замещения неполных дефектов нижней челюсти и альвеолярного отростка: пат. 2581263 Рос. Федерация: МПК А61 С 8/00, А61 F 2/28, А61 В 17/24 / Василюк В.П., Штраубе Г.И., Четвертных В.А., Якушев Р.М., Харитонов А.В., Абляз Т.Р., Пустовалов Д.О., Килина П.Н.; заявитель и патентообладатель ГБОУ ВПО «ПГМУ им. ак. Е.А. Вагнера». -№ 2014151689/14; заявл. 19.12.14; опубл. 20.04.16, Бюл. 11. – 7 с.: ил.

13. Имплантат для замещения дефектов челюстей после удаления околокорневых кист: пат. 2612123 Рос. Федерация: МПК А61 С 8/00/Василюк В.П., Штраубе Г.И., Четвертных В.А., Килина П. Н., Кочержук С.А.; заявитель и патентообладатель ГБОУ ВПО «ПГМУ им. ак. Е.А. Вагнера». -№ 2015152949; заявл. 09.12.15; опубл. 02.03.17, Бюл. 7. – 8 с.: ил.

**Статьи, опубликованные в других изданиях:**

14. Kilina, P. Development of Cellular Construction for the Jaw Bone Defects Replacement by Selective Laser Melting / P. Kilina, L. Sirotenko, E. Morozov, T. Ablyaz, K. Muratov. - Singapore: Springer Nature Singapore Pte Ltd, 2019. – 256 p. – P. 41–53.

15. Килина, П.Н. Получение имплантатов с регулярной ячеистой структурой для замещения костных дефектов методом селективного лазерного сплавления/ П.Н. Килина, Л.Д. Сиротенко // *Актуальные проблемы порошкового материаловедения: материалы международной научно-технической конференции, посвященной 85-летию со дня рождения академика В.Н. Анциферова (г. Пермь, 26–28 ноября 2018 г.)*. Пермь: Изд-во ПНИПУ. – 2018.– С. 266–270.