

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Пермский национальный исследовательский политехнический университет»

*На правах рукописи*

**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

Диссертация на соискание ученой степени  
кандидата технических наук

Научный руководитель:  
доктор техн. наук, профессор  
Сиротенко Людмила Дмитриевна

Пермь – 2020

## СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ.....	5
1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ПРОБЛЕМЫ ПОЛУЧЕНИЯ И ФОРМИРОВАНИЯ СВОЙСТВ ВЫСОКОПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ .....	11
1.1 Структурно-технологические и эксплуатационные характеристики высокопористых материалов .....	11
1.2 Применение технологии селективного лазерного плавления для создания ВПЯМ .....	16
1.3 Использование ячеистых материалов для изготовления имплантатов, замещающих костную ткань.....	25
1.4 Влияние структурно-технологических параметров на физико- механические свойства имплантатов, полученных методом селективного лазерного плавления.....	33
Выводы по главе 1 .....	41
Цель работы и постановка задач исследований .....	43
2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ОБОРУДОВАНИЯ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ .....	45
2.1 Методика определения гранулометрического состава Ti6Al4V.....	45
2.2 Сканирующая электронная микроскопия.....	45
2.3 Методика измерения удельной поверхности порошка .....	46
2.4 Методика определения основных технологических свойств порошкового материала .....	46
2.5 Методика определения элементного состава.....	47
2.6 Оборудование для селективного лазерного плавления .....	47
2.7 Методика металлографических исследований .....	50
2.8 Рентгеноструктурный анализ.....	50

2.9	Методика определения микротвердости .....	51
2.10	Методика определения механических свойств.....	51
2.11	Методика планирования эксперимента и статистической обработки результатов измерений.....	52
2.12	Методика клинических испытаний имплантатов.....	56
3	РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ АРМИРУЮЩЕГО КАРКАСА КОСТНОЙ ТКАНИ .....	58
3.1	Характеристики исходного порошкового материала Ti6Al4V .....	58
3.2	Выбор ячеистой структуры армирующего каркаса костной ткани и ее основных параметров .....	61
3.3	Критерии качества элементов структуры ячеистого каркаса, полученного методом селективного лазерного плавления .....	65
3.4	Влияние режимов плавления на качество элементов структуры каркаса ВПЯМ.....	74
3.5	Определение технологических режимов изготовления ВПЯМ на основе комплексного анализа критериев качества .....	92
3.6	Исследование структуры и свойств ВПЯМ.....	115
	Выводы по главе 3 .....	121
4	ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И ПРОЦЕССОВ РАЗРУШЕНИЯ АРМИРУЮЩЕГО КАРКАСА КОСТНОЙ ТКАНИ	124
4.1	Анализ численных результатов прогнозирования физико-механических свойств ячеистых материалов .....	124
4.2	Экспериментальное исследование упругих и прочностных свойств высокопористого ячеистого материала на основе Ti6Al4V .....	130

4.3 Анализ соответствия физико-механических свойств ячеистых конструкций свойствам костной ткани .....	134
Выводы по главе 4 .....	136
5 ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ ВПЯМ НА ОСНОВЕ ТИТАНА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КОСТНЫХ ИМПЛАНТАТОВ.....	137
5.1 Разработка конструкций челюстных имплантатов для замещения неполных дефектов нижней челюсти и альвеолярного отростка и имплантата для замещения дефектов челюстей после удаления околокорневых кист .....	137
5.2 Влияние макроструктуры ВПЯМ на механизмы прорастания костной ткани в ячейки имплантатов при их вживлении в область основания хвоста лабораторных животных.....	140
5.3 Исследование вживления челюстного ячеистого имплантата лабораторным животным.....	143
5.4 Анализ степени фиксации соединения имплантат – кость.....	146
Выводы по главе 5 .....	148
ЗАКЛЮЧЕНИЕ .....	150
СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ.....	152
СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ .....	153
ПРИЛОЖЕНИЕ А .....	167
ПРИЛОЖЕНИЕ Б.....	176

## ВВЕДЕНИЕ

### **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 плавления, 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.

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 CAD-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.

#### **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, шероховатость, 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 микро топографии 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 решетчатой 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 биомеханическими 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.

### **Достоверность.**

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.

### **Благодарности**

Автор выражает признательность научному руководителю, д.т.н., профессору, профессору кафедры ИТМ ПНИПУ Сиротенко Л.Д. за руководство при выполнении работы; д.т.н., профессору кафедры МКМК ПНИПУ Порозовой С.Е. за помощь в исследовании характеристик исходного порошка и ячеистых материалов; к.м.н., доценту кафедры хирургической стоматологии и челюстно-лицевой хирургии Пермского государственного медицинского университета им. академика Е.А. Вагнера Василюку В.П. за проведение экспериментальных исследований по вживлению полученных ячеистых имплантатов лабораторным животным.

# **1 СОВРЕМЕННОЕ СОСТОЯНИЕ ПРОБЛЕМЫ ПОЛУЧЕНИЯ И ФОРМИРОВАНИЯ СВОЙСТВ ВЫСОКОПОРИСТЫХ МАТЕРИАЛОВ**

## **1.1 Структурно-технологические и эксплуатационные характеристики высокопористых материалов**

### **Основные характеристики высокопористых материалов**

Высокопористые материалы обладают развитой удельной поверхностью при малом удельном весе, проницаемостью для жидкостей и газов, возможностями капиллярного транспорта жидкости и ее удержанию в порах, высокой прочностью и жесткостью [1–3]. Благодаря данному комплексу свойств высокопористые материалы находят широкое применение в современной науке и технике, а разработка методов получения подобных материалов и исследование их свойств вызывает значительный интерес с научной и практической точки зрения.

Основные структурообразующие характеристики пористых материалов можно разделить на две группы: параметры каркаса материала и пор. К основным параметрам каркаса материала относятся общая, открытая, тупиковая и закрытая пористости, а также проницаемость. Характеристиками пор являются: размер и форма, степень их извилистости, распределение пор по размерам, удельный объем и удельная поверхность. Форма пор имеет большое значение для формирования комплекса эксплуатационных свойств и определения сферы применения пористых материалов. Каналообразующие поры важны для формирования фильтрационных свойств, открытые тупиковые и бутылкообразные с переменным сечением по длине – для каталитических и сорбционных. Для формирования теплоизоляционных свойств форма пор может быть произвольной, так как все поры являются барьером для распространения тепла, для биоинтеграции и возникновения дальнейшей биологической фиксации имплантатов большое значение имеют открытые сообщающиеся поры [1, 2, 4]. В таблице 1.1 представлена классификация пористых материалов по типу пористой структуры.

Таблица 1.1 – Характеристики пористых материалов [5]

Группы пористых структур	Наименование пористой структуры	Тип пористой структуры	Основные характеристики пористой структуры	
			Открытая пористость, %	Размер пор, мкм
Неорганизованная пористая структура	Зернистая		20–40	0,1–400
	Волокнистая		30–90	5–200
Организованная пористая структура	Сетчатая		20–80	20–200
	Ячеистая		75–85	200–5000
	Сотовая		50–80	800–7000

Основным фактором, влияющим на физико-механические свойства высокопористых материалов, такие как предел прочности и модуль Юнга, является пористость, которая рассчитывается в соответствии с формулой (1.1):

$$П = 1 - R = 1 - \frac{\rho}{\rho_0}, \quad (1.1)$$

где  $П$  – пористость;  $R$  – относительная плотность;  $\rho$  – плотность ячеистого материала;  $\rho_0$  – плотность материала каркаса [6].

В последнее время при появлении технологических возможностей для получения регулярных структур с помощью методов быстрого прототипирования большое значение стало уделяться форме ячеек высокопористого материала и их влиянию на физико-механические характеристики. Таким образом, свойства пористых материалов напрямую зависят от нескольких факторов: исходного порошкового материала или материала каркаса, передающего наследственные характеристики, и геометрического строения, которое определяется методом получения. Изменяя технологические параметры и комбинируя процессы, можно в широких пределах варьировать как общую пористость, так и регулярность структуры, параметры пор.

## **Технологические методы формирования высокопористых материалов медицинского назначения**

Высокопористые материалы, благодаря сочетанию небольшой массы и функциональных свойств, широко используются в различных отраслях промышленности, особое значение имеют для медицины в качестве имплантатов. Пористая структура имплантата положительно сказывается на возникновении биологической фиксации, так как материал имплантата должен вступать в специфические взаимодействия с окружающими тканями, получая нужный ответ организма и создавая условия для успешного прорастания костных клеток [7–9]. Методы изготовления пористых материалов отличаются значительным многообразием в зависимости от исходных материалов и требуемых свойств. Пористые материалы производят на основе металлов (металлические) и их оксидов (керамические) [1, 2, 4]. Для получения высокопористых материалов медицинского назначения используют следующие методы: вспенивание расплава или шликера, выгорающих добавок, порообразования за счет химических реакций, дублирования полимерной матрицы, получения волоконных материалов, селективное лазерное плавление [9–14].

Первый и относительно простой способ – подача газа с помощью импеллера в вязкую расплавленную массу металла или порошковую суспензию [15]. В результате насыщения различными газами слоев материала их объем увеличивается, образуется дисперсная система – газ в «жидкости», происходит вспенивание. При дальнейшей технологической обработке пена затвердевает и формируется пористая плита. Для увеличения открытой пористости некоторые перемычки могут искусственно удаляться, таким образом, получается неравномерное и нерегулярная структура, пористость может достигать 80 – 97 %. Можно отметить дешевизну процесса, однако данным способом затруднительно получить высококачественные пористые материалы с открытой пористой структурой, так как для управления ее параметрами (содержанием и размерами

пор) необходимо использовать дополнительные методы, например, введение в расплав или порошковую суспензию различных порообразователей [3,15].

В качестве порообразователя в большинстве случаев применяются неорганические и органические гранулы. При выгорании добавок образуются крупные сообщающиеся поры различного размера, окруженные перемычками с высокой микропористостью, макропористость материала составляет до 85%. Широкий спектр возможных наполнителей позволяет варьировать пористость и морфологию пористого материала в необходимых пределах. Однако с увеличением содержания добавок увеличивается неравномерность структуры, что может приводить к различным деформациям и снижению механических свойств [1, 3].

Процесс был усовершенствован путем использования порообразователя, способного при нагреве выделять газовую составляющую. Смесь исходного порошка и порообразователя подвергают экструзии и горячему прессованию. Далее следует операция вспенивания: образец нагревается до температуры, близкой к температуре плавления исходного сплава, в результате термического разложения порообразователя выделяется газ, который формирует поры в материале. Данный способ позволяет варьировать пористость в широких диапазонах, а также изготавливать трехслойные (сэндвичевые) структуры с пористой сердцевиной и плотными внешними слоями. Недостатками метода являются проблема выбора порообразователя и сочетания его с порошковым материалом, так как температура разложения порофора должна быть немного ниже температуры плавления исходного порошка. Полученный материал характеризуется достаточно высокой пористостью 60–68%, высокой проницаемостью, но низкой прочностью [3,15].

Наибольшее распространение получил способ дублирования полимерной матрицы, который относится к методам выгорающих добавок и позволяет получать ячеистые материалы с пористостью 70–98%. В свою очередь существует несколько способов реализации процесса копирования: шликерный, химический, гальванический, газофазный, комбинированный [1–3, 15]. В основе их лежит

использование тканого или сетчато-ячеистого полимера, в большинстве случаев пенополиуретана (ППУ), нанесение на его поверхность металлического или керамического слоя и термообработку. Термообработка включает две стадии: термодеструкция ППУ и спекание при температуре 0,7-0,9 от температуры плавления основного компонента. Однако размеры готовых изделий определяются неоднозначно ввиду деформации и коробления исходной структуры при копировании, а затем после усадки при спекании. Поэтому далее применяется механическая обработка для придания конечной формы и размеров заготовке [1–3, 14, 15].

Исходный ППУ имеет в основе каркас, состоящий из трехгранных перемычек с диаметром от 0,1 до 1 мм, которые сходятся в узлах и образуют ячейку со средним размером от 0,5 до 5 мм, геометрическая структура ВПЯМ наследует структуру ППУ. Полученные ВПЯМ характеризуются небольшой удельной поверхностью, что несколько ограничивает их применение в качестве имплантатов. Однако использование в качестве исходных материалов для получения ВПЯМ активированных нанопорошков и нанесение биоактивных покрытий на основе рутила, анатаза и гидроксиапатита, позволяют получить развитую поверхность для закрепления костных клеток [10,12,14].

В зависимости от состава ВПЯМ имеют различные свойства, так одни характеризуются низкой прочностью при сжатии по сравнению с другими видами нагрузок, другие обладают высокой пластичностью и не разрушаются при сжатии, а испытывает большие деформации порядка 60 - 80 % и приближается к компактному состоянию [1, 2, 6].

Технология формирования пористых волоконных материалов включает несколько этапов: изготовление волокна, их формование прокаткой, прессование, войлокование или плетение, дальнейшее спекание. Таким способом формируется регулярная структура, которая с уменьшением пористости или толщины волокон становится нерегулярной [16,17]. Данным методом получают углерод-углеродные, углерод-керамические и углепластиковые материалы [17,18]. Полученные изделия характеризуются высокими значениями пористости (66 –

90%), проницаемости, ударной вязкости и относительного удлинения (8 – 20%). Волоконные материалы также положительно проявляют себя при циклических нагрузках, что позволяет использовать их в медицинской промышленности в качестве имплантатов. Известны примеры использования в качестве имплантатов для замещения дефектов челюсти углерод-углеродных материалов Углекон-М [18]. Особенностью волоконных материалов является то, что с увеличением пористости значительно снижаются механические свойства, которые значительно ниже, чем у ячеистых материалов при аналогичных значениях пористости [3,17].

В настоящее время для получения функциональных материалов медицинского назначения начинают активно использовать методы быстрого прототипирования. Среди них особое место занимает метод селективного лазерного плавления металлических порошков, при котором образец формируется в объеме порошка, распределенного по специальной платформе, под воздействием защитной атмосферы. Траектория лазерного луча послойно воспроизводит геометрию детали в соответствии с исходной 3D моделью, в результате происходит плавление частиц порошка, точность получаемых изделий напрямую зависит от параметров обработки [19 – 23]. Технология лазерного плавления обладает рядом преимуществ по возможностям получения равномерной ячеистой структуры, экологичности производства, минимизации или исключению дальнейшей механической обработки, а в связи с этим увеличению коэффициента использования материала [11, 20 – 26].

## **1.2 Применение технологии селективного лазерного плавления для создания ВПЯМ**

### **Основные требования к материалам, используемым для селективного лазерного плавления**

Как правило форма частиц порошковых материалов обусловлена методом их получения и может быть правильной – сферической, а также чешуйчатой, осколочной, губчатой, дендритной, тарельчатой, и в дальнейшем определяет

характеристики получаемых на их основе функциональных материалов [27 –29]. Для селективного лазерного плавления наиболее предпочтительными являются порошки сферической формы, полученные методом атомизации [11, 24, 30]. В зависимости от установленных требований по размеру частиц и морфологии их поверхности применяются водная, газовая и плазменная атомизация. В качестве исходных материалов для расплавления используются слитки, проволоки или порошки, полученные механическими или физико-химическими методами [25, 27, 28, 30 – 32].

Качественными характеристиками поверхностной структуры частиц являются уровень агломерирования, отсутствие сателлитов, аморфной оболочки (панциря) [29, 30, 33]. Количественной характеристикой поверхностной структуры является величина удельной поверхности, которая увеличивается с уменьшением размера частиц, усложнением формы и развитости поверхности. Основными технологическими характеристиками порошка является насыпная плотность, плотность утряски, текучесть, активность при сплавлении [27 – 30, 34]. Высокие значения технологических свойств обеспечивают минимальное сопротивление частиц и равномерность при поступлении порошка в камеру и при формировании единичного слоя, а также компактность укладки в определенный объем [21, 29 – 30].

Гранулометрический состав оказывает влияние на параметры процесса лазерного плавления, которые отличаются для частиц различной дисперсности. Одной из основных характеристик порошка, определяемой при гранулометрическом анализе, является средний размер частиц ( $d_{50}$ ) [30]. Во-первых, он во многом определяет толщину единичного слоя, во-вторых – необходимую для обработки мощность лазера, в-третьих – расстояние между точками засветки и единичными дорожками. При уменьшении размера частиц можно увеличить степень проработки мелких элементов конструкции и снизить шероховатость поверхности. Как правило при работе с порошками со средним размером меньше 10 мкм используют маломощные лазеры. Чтобы избежать разлета частиц из зоны расплава при обработке, повышения шероховатости,

увеличения пористости [21, 35 – 37]. Рекомендуемый диапазон размеров частиц, получаемых методами атомизации, для процессов селективного плавления составляет 10–65 мкм [30]. На процесс лазерного плавления присутствие частиц различной дисперсности также оказывает положительное влияние, увеличивая теплопроводность порошка, при наличии хотя бы 15% частиц более мелкой фракции. Так на начальном этапе расплавляются мелкие частицы, происходит заполнение пор, предварительный нагрев крупных частиц и их плавление, тем самым обеспечивается равномерная плотность изделия [33]. В общем случае распределение частиц по размерам подчиняется нормальному закону, что позволяет достигать максимальных плотностей укладки [21, 33].

Основными требованиями к химическому составу порошкового материала являются высокие точность и степень очистки от примесей в виде твердых растворов или газов ( $O_2$ ,  $H_2$ ,  $N_2$  и др.), которые оказывают негативное воздействие на технологические свойства порошка, а впоследствии на физико-механические свойства изделий, зачастую снижая прочность и увеличивая хрупкость [20, 21, 30, 36, 37]. Эффективному удалению газов, адсорбированных на поверхности, способствует обработка в вакууме [27, 28, 35]. Еще одной немаловажной химической особенностью является пирофорность порошков, которая зависит от химической природы и чистоты, дисперсности и формы частиц порошка, состояния их поверхности (оксидные пленки уменьшают воспламеняемость). Для порошков некоторых взрывоопасных металлов, например Mg, Ti контакт с воздухом может привести к почти мгновенному возгоранию при относительно невысоких температурах, в данном случае большую роль при работе играет защитная атмосфера [20, 21, 35, 38].

### **Технологические проблемы формирования структуры и свойств ВПЯМ методом селективного лазерного плавления**

Наряду с исходными материалами на параметры качества изделий, получаемых селективным лазерным плавлением, оказывают влияние параметры процесса, которые должны подбираться в зависимости от характеристик порошка

и обеспечивать получение заданной структуры и физико-механических свойств. Основные параметры процесса можно условно поделить на две группы: переменные и постоянные. Переменные параметры представляют собой режимы обработки, постоянные относятся к характеристикам работы оборудования. В качестве постоянных параметров можно выделить: длину волны лазерного излучения, нм; режим работы лазера; диаметр пятна лазера, мкм; защитную атмосферу. Основными переменными параметрами являются: мощность лазера, Вт; время засветки одной точки, мкс; расстояние между точками засветки, мкм; расстояние между единичными дорожками, мкм; интенсивность лазерного излучения, мА; скорость сканирования лазерного луча, м/с; толщина слоя порошка, мкм [11, 19, 21, 29, 35].

Режимы обработки выбираются исходя из технологических возможностей установки и доступных для варьирования параметров. От мощности лазерного излучения зависит скорость плавления частиц порошкового материала. В процессе селективного лазерного плавления в зону обработки мгновенно поступает большое количество энергии, происходит расплавление металла, его частичное разбрызгивание и искрообразование. В работах [20, 35, 36, 39, 40] рассмотрено, что назначать мощность следует исходя из таких характеристик исходного материала, как температура плавления, коэффициент поглощения, отражения. Также величина мощности должна назначаться с учетом размера частиц, так очень мелкие частицы порошка начинают плавиться первыми и при значительных мощностях начинают вылетать из зоны обработки. Образуются дефекты на сплавленной поверхности или в зоне исходного порошка, повышается пористость и шероховатость поверхности [21]. В горизонтальной плоскости зоны обработки в продольном и поперечном направлении состоит из отдельных окружностей (точек). При задании параметра расстояния между сплавляемыми точками единичный проход лазера формирует дорожку или трек. При задании расстояния между проходами лазерного луча (шага сканирования) совокупность единичных дорожек образует единичный слой материала. Для формирования качественных тонкостенных изделий на оборудовании с диаметром пятна лазера

20-40 мкм при выборе расстояния между точками и расстояния между проходами необходимо учитывать средний диаметр порошка, так как для формирования однородного материала необходимо обеспечить достаточный коэффициент перекрытия. При небольших мощностях назначение шага, превышающего средний размер частиц нецелесообразно, так как это приводит к неоднородности материала, увеличению количества непроплавленных частиц, пористости и оксидных включений [41, 42]. В работах [16, 36, 43] выявлено, что изменение шага сканирования также позволяет изменять максимальную температуру в зоне обработки в широком диапазоне.

Время засветки (выдержки) одной точки определяет количество энергии, попадающей на порошковый материал и время нахождения луча на отдельном участке. Время плавления одной точки также влияет на общее время изготовления изделия. Материалы с высокой температурой плавления требуют большего времени выдержки, с низкой – меньшего. Время воздействия влияет на глубину и ширину зоны проплавления, а соответственно микроструктуру. При увеличении времени засветки размеры зоны проплавления увеличиваются, скорость кристаллизации металла уменьшается, пористость до определенного предела уменьшается [33, 39, 43, 44].

В зависимости от характеристик установки расстояние между точками и время засветки одной точки могут формировать единый параметр – скорость сканирования. Скорость сканирования – скорость прохождения лазерного луча над поверхностью порошкового материала. Характеристики, присущие отдельным параметрам времени и расстояния, влияют на скорость сканирования, так увеличение скорости приводит к уменьшению размеров зоны проплавления и высоким скоростям кристаллизации [39]. При различных сочетаниях параметров мощности, скорости, времени выдержки, расстояния между точками и проходами принято выделять черновые, чистовые и отделочные режимы обработки [20, 40, 45].

В процессе лазерного плавления принято выделять три стадии жидкофазного спекания: реструктуризация – плавление и соединение частиц за

счет капиллярных сил, осаждение в растворе, твердофазное спекание [35]. Диффузионных процессов при лазерном плавлении не происходит вследствие высоких скоростей нагревания и охлаждения. В связи с этим микроструктура изделий, полученных селективным лазерным плавлением и традиционными методами, существенно отличается. Например, сплавленные образцы на основе Ti6Al4V характеризуются мелкозернистой структурой и обладают более высокими прочностными свойствами, но низкой пластичностью. Также после лазерного плавления проявляется мартенситная  $\alpha'$  структура, в то время как процентное содержание  $\beta$  – фазы невелико или она отсутствует [12, 46, 47].

При завышенных скоростях плавления и недостаточных мощностях сначала увеличивается пористость, при этом не происходит связывания частиц и материал перестает сохранять однородную структуру – возникает эффект каплеобразования (balling) [35, 41, 48]. Эффект исследовался в зависимости от мощности, времени выдержки и дисперсности порошка, а также от скорости и расстояния между точками [20, 35, 39, 49, 50]. В работе [50] эффект испарения и каплеобразования устранялся путем изменения режима лазера с непрерывного на импульсный с пиковыми интенсивностями до  $2 \times 10^3$  Вт/мм<sup>2</sup>, что позволило снизить пористость. Оптимальной является мощность, при которой в порошковом слое твердая и жидкая фаза составляют 85 и 15% соответственно, причем недопустимо образование кипящего слоя, возникающее при перегреве ванны расплава [39]. Так при завышенной мощности и времени выдержки увеличивается объем расплава и уменьшается его вязкость (эффект Марагони), при этом формирования цельных объемов материала не происходит [36, 37, 41, 48]. На рисунке 1.1 для единичной дорожки на основе порошка размером 20 мкм показаны стабильные и нестабильные зоны формирования, количество неоднородных участков уменьшается при увеличении мощности, но только до определенного предела [41].

Толщина (высота) слоя также определяется средним размером частиц и задается при рассечении модели на слои. Для мелкодисперсных порошков можно задать меньший шаг рассечения и более детально проработать поверхность.

Исследование влияния толщины слоя на пористость, физико-механические характеристики и другие свойства изделий достаточно подробно изучались в работах [11, 20, 21, 35, 39, 41, 45, 51].

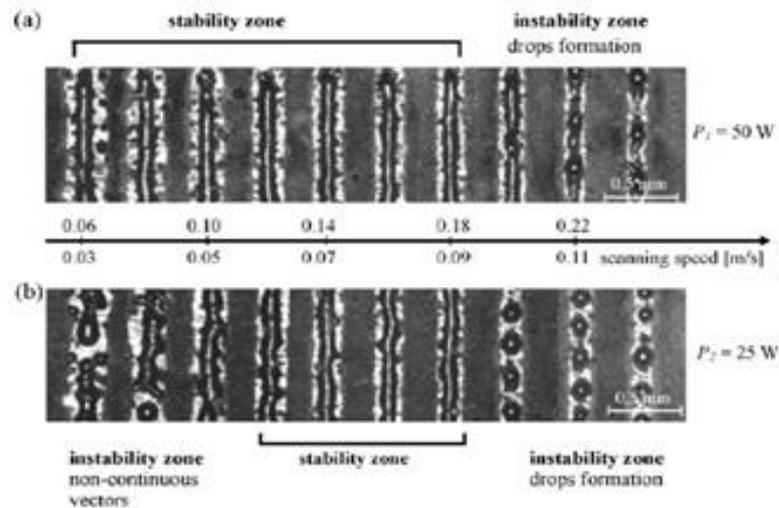


Рисунок 1.1 –Влияние мощности и скорости на формирование единичных дорожек порошка Inco 904L [41]

При рассмотрении процесса лазерного плавления также вводятся различные комплексные интегральные параметры, например линейная плотность энергии (ЛПЭ), вычисляемая как отношение мощности к скорости сканирования, а также объёмная плотность энергии, вычисляемая по формуле (1.2) [41, 42].

$$EV = \frac{P*t}{h*L*HS}, \quad (1.2)$$

где  $EV$  – объёмная плотность энергии, Дж/мм<sup>3</sup>;  $P$  – мощность лазера, Вт;  $t$  – время выдержки, мкс;  $HS$  – расстояние между проходами (ширина штриха), мкм;  $L$  – расстояние между точками, мкм;  $h$  – толщина слоя, мкм.

По параметру «плотность мощности» лазеры делят на три группы: низкоэнергетические, среднеэнергетические, высокоэнергетические. Плотность мощности или интенсивность лазерного излучения определяется как отношение

мощности лазера к диаметру пятна лазерного излучения. При увеличении плотности мощности до определенного порога происходит увеличение ширины и глубины сплавляемого слоя [40].

В качестве защитной атмосферы может использоваться газ, например, аргон, азот или вакуум в зависимости от материала порошка. Перед началом работы осуществляется тщательная продувка камеры и вытеснение кислорода, уровень которого контролируется в процессе построения. Также с помощью защитной атмосферы создается дополнительный обдув, препятствующий попаданию на готовую поверхность и зону построения вылетевших из нее частиц. Однако при больших давлениях мелкодисперсные частицы ( $d_{50} < 10$  мкм) могут вылетать из зоны построения, уменьшая толщину порошкового слоя [21, 35]. Также в работах отмечено, что продувка аргоном снижает влияние окислительных процессов на теплоперенос, и тем самым уменьшает зону термического влияния и пористость, что является важным аспектом при формировании изделий заданной структуры и свойств [20, 35].

На качество полученного изделия помимо режимов сплавления и свойств используемого материала влияет также положение модели, направление и угол движение лазерного луча (стратегия спекания). На примере работ [50, 52, 53] можно отметить, что при неправильном выборе стратегии спекания может возникнуть концентрация тепла в определённых участках образца, что приводит к термическим деформациям как отдельного спечённого слоя, так и всего образца. Большое количество работ посвящено способам оптимизации лазерного плавления при помощи выбора стратегии. Разработаны однопроходные горизонтальные, вертикальные, двухпроходные перпендикулярные и двухзонные, секторные последовательные, шахматная, диагонально-островковая и диагональная сплошная стратегии и т.д. [49, 50, 53, 54]. В ходе выполнения исследований сделан вывод, что правильно подобранная стратегия способна увеличить производительность, снизить пористость, количество дефектов и улучшить качество выполненного изделия. Большинство авторов сходятся во

мнении, что двухпроходные стратегии обработки для создания многослойных объектов является предпочтительными [49, 50, 53, 54].

В работе [43] определен производственный предел размеров трех типичных структур, имеющих важное значение при проектировании тонкостенных или ячеистых изделий: возрастающий угол спиральной структуры должен быть больше  $30^\circ$ , длина навеса арочной структуры меньше 1,04 мм, диаметр отверстия больше 0,1 мм и толщина стенки больше 0,1 мм. В работах [37, 41] определено, что технологически возможная толщина стенки составляет 1,4 мм при заданных режимах и возможностях оборудования.

Шероховатость изделий, полученных методом СЛП, зависит от исходного материала и выбранных режимов [45, 49]. Изделия машиностроительного профиля изделия с большими значениями шероховатости зачастую требуют дополнительной механической обработки. При производстве изделий в медицинских целях наличие определенной шероховатости поверхности являются скорее преимуществом, чем недостатком. В течение нескольких десятилетий использовались пористые покрытия для создания шероховатой поверхности между ортопедическими имплантационными устройствами и окружающей костью, которая улучшает стабильность имплантата при прорастании костной ткани [14, 55, 56]. Данная шероховатость особенно важна на первом этапе для закрепления костных клеток [7, 10]. Эти покрытия включали внедрение металлических гранул к твердой поверхности имплантата посредством процессов спекания, термического напыления и др. [14, 55, 56]. Однако эти способы имеют следующие недостатки: недостаточное внедрение в поверхность исходного материала с последующим отделением, неравномерность толщины слоя, недостаточная толщина для эффективного прорастания костной ткани и биомеханической совместимости.

### 1.3 Использование ячеистых материалов для изготовления имплантатов, замещающих костную ткань

#### Особенности структуры и свойств костной ткани

Основными характеристиками костной ткани является предел прочности и модуль упругости, которые зависят от макро- и микроструктуры, химического состава материала кости, в частности, содержания органических и неорганических веществ. При этом различные процессы гипер- и декальцинации приводят к снижению механических свойств [57,58].

Макроструктурными составляющими костной ткани являются внутреннее губчатое (трабекулярное) и внешнее компактное (кортикальное) вещество (рисунок 1.2) [58]. Их размер, форма и строение зависят от возраста, расположения в организме и видов испытываемых нагрузок.



а) компактная и губчатая составляющая; б) губчатая составляющая

Рисунок 1.2 – Строение костной ткани

Губчатая составляющая имеет, как правило, открытую ячеистую (решетчатую) структуру [12, 59]. Единицей микроструктуры костной ткани является остеон, представляющий собой множество пластинок (трабекул), между которыми находится красный костный мозг. Остеоны образуют трубчатые конструкции, прочность которых на единицу массы намного выше, чем монолитных. Остеонные конструкции являются составляющими костных пластинок кортикального вещества и перемычек губчатого, которые построены по

арочному принципу в областях с максимальными нагрузками. После различных травм, например при переломах, механические свойства костной ткани снижаются вследствие изменения остеонной структуры [57 – 59].

Костная ткань обладает значительной анизотропией, механические свойства в продольном направлении превышают аналогичные в поперечном примерно в 2 раза [60, 61]. Также на механические свойства костной ткани оказывают влияние такие факторы, как ее расположение в организме, возраст, наличие заболеваний и другие. Поэтому данные находятся в широком диапазоне, так для кортикальной костной ткани модуль Юнга составляет 0,43–22 ГПа, предел прочности – от 15 до 200 МПа [60 – 62]. Например, модуль упругости компактного вещества бедренной и большеберцовой кости составляет порядка 16–20 ГПа, губчатого – 1,6 – 2 ГПа [12, 63]. Предел прочности при растяжении бедренной кости составляет 55 МПа, при сжатии – 78 МПа, для большеберцовой при сжатии – 17 МПа. Предел прочности кости можно сравнить с аналогичным для чугуна, для которого также предел прочности при растяжении ниже, чем при сжатии [12, 57, 58].

Общий интервал значений предела прочности при сжатии здоровой трабекулярной костной ткани человека составляет 1,2 – 80 МПа, модуля упругости – от 0,02 до 4 ГПа [64]. По другим данным при достаточно высокой условной прочности материала для предела прочности трабекулярной кости наиболее характерны средние значения в продольном направлении 16 – 22 МПа, для модуля упругости – от 0,6 до 1,05 ГПа. Предел прочности в поперечном направлении принимает значения в диапазоне 7–13 МПа, модуль упругости – от 0,375 до 0,6 ГПа [58, 60]. Пористость губчатой костной ткани составляет не более 40% [58, 65].

Нагрузка, соответствующая максимальной силе сжатия челюстей, составляет порядка 500 Н, однако болевые ощущения в челюсти возникают уже под действием вертикальной функциональной сжимающей нагрузки порядка 400 Н [62, 66]. Нагрузка, при которой произойдет предполагаемое разрушение примерно в 10 раз больше, чем функциональная сжимающая нагрузка. Верхняя челюсть способна выдержать максимальные нагрузки на сжатие порядка 4900 Н

(500 кгс), для нижней челюсти значения меньше  $\sim 3600$  Н (367 кгс). Это обусловлено тем, что в случае предельных нагрузок она должна либо разгрызть, либо сломаться сама, но не допустить повреждения верхней челюсти, связанной с мозговым отделом черепа [66]. При этом для предела прочности трабекулярных костей челюстно-лицевой области наиболее характерны средние значения прочности 1,2 – 22 МПа, модуля упругости – от 0,02 до 2 ГПа [60, 62, 64]. Коэффициент Пуассона костной ткани челюсти равен 0,3. Микротвердость костной ткани челюсти в среднем составляет 250-356 НВ, что соответствует 257-377 НВ, наибольшее значение наблюдается в области шестого зуба [66].

### **Комплексные требования к материалам, замещающим костную ткань**

Традиционные методы восстановительно-реконструктивной хирургии предусматривают использование в качестве трансплантатов собственных костей человека (ауто трансплантаты) и донорских (алло трансплантаты). Однако их применение связано со значительными ограничениями, так как форма и геометрические размеры ауто трансплантата не всегда позволяют полностью воссоздать требуемую анатомическую форму челюсти или другого участка, также следует отметить травматичность процесса подготовки ауто трансплантата, гибель значительной части остеогенных клеток сразу после вживления, и, как следствие, увеличение времени операции и дальнейшего восстановления, возрастные ограничения [13, 67 – 69]. Недостатками аллогенных материалов являются: отсутствие банка тканей, возможная тканевая несовместимость, рассасывание, медленная остеоинтеграция, риск инфицирования. Особая обработка алло трансплантатов не только не устраняет риск передачи заболеваний, но и снижает механические и остеоиндуктивные свойства [13, 67, 69].

В связи с отмеченными недостатками ауто- и алло трансплантатов в настоящее время все более широкое распространение в травматологии для восстановления и укрепления костных структур приобретают материалы небиологической природы, которые используются для контурной пластики при

устранении объемных дефектов, создании опорных конструкций для зубных протезов в стоматологии [9, 13, 43, 57, 66, 70 – 74].

Изначально основным требованием к материалу имплантата была безопасность, которая определялась химической и биологической инертностью. Затем, требования расширились: материалы не должны быть токсичны, канцерогенны, аллергенны, тромбогенны, радиоактивны, то есть должны быть биосовместимы. Наиболее важным требованием, входящим в понятие биосовместимости, является отсутствие общей или местной реакции организма, при этом выбор материала должен быть основан на знаниях о взаимодействии имплантата с биологической средой организма [8, 10, 12, 18, 70].

В настоящее время для получения имплантатов используются три группы материалов: полимеры (полиэтилен, полипропилен и др.), керамика и металлы. Различные современные виды пластмасс, пористые полиэтиленовые имплантаты не вызывают реакции тканей, однако их прочность невысока и применение ограничено [10, 74,75].

Большое распространение получила биокерамика, которую по типу реакции, возникающей в организме, можно разделить на биоактивную, биоинертную и резорбирующуюся (растворяющуюся в организме). Биоинертными керамическими материалами являются диоксид циркония и оксид алюминия с плотной структурой, вследствие этого доступна только механическая фиксация. Биологическая фиксация возникает при создании в данном материале пор с размерами больше 100 мкм, необходимых для прорастания костной ткани [70]. Стеклокерамика, некоторые составы силикатного стекла способны вызывать адгезию морфогенетических белков и дальнейшее прорастание остеобластов, и, таким образом, являются биоактивной остеокондуктивной матрицей [10]. К резорбирующимся относятся кальций-фосфатные материалы: гидроксиапатит, трикальцийфосфат и т.д. Они также используются в качестве матрицы, содержащей костные клетки или белки, способствуют регенерации ткани и затем замещаются вновь образованной [10]. Также возможны комбинации различных материалов, например, с остеокондуктивными и остеоиндуктивными или

остеогенными свойствами в виде резорбирующейся матрицы с биоактивными добавками [67]. Керамические биоматериалы способствуют регенерации ткани, обладают высокой стойкостью к коррозии и твердостью, незначительной теплопроводностью, однако характеризуются сравнительно невысокими механическими свойствами, хрупкостью, склонностью к образованию трещин. Высокая твердость также накладывает ограничения на способы обработки, габаритные размеры и области применения [10, 67, 68].

Металлические имплантаты различного назначения составляют большую группу, при этом наиболее широкое применение получил титан и его сплавы, также используется нержавеющая сталь («хирургический сплав»), сплавы кобальта, хрома и молибдена [10, 12, 76, 77].

Чистый титан и его сплавы обладают благоприятным сочетанием механических и физико-химических свойств в широком диапазоне температур, и в связи с этим активно применяются в медицинской промышленности. По сравнению с другими металлами, например, танталом, цирконием и ниобием, мировые запасы которых ограничены, себестоимость титановых медицинских устройств ниже [71, 78]. Коррозионная стойкость нержавеющей стали, хрома, кобальта или никеля значительно ниже, чем у титана, что также в определенной степени ограничивает их применение [12, 50, 71, 76, 77]. При анодном окислении и на воздухе, а также при самопассивации в нейтральных, сильно- и слабокислых растворах на поверхности титана образуются прочные тонкие оксидные пленки, исключаящие прямой контакт с коррозионно-активной средой. В большинстве случаев это пленки рутила, которые не оказывают токсического воздействия и вступают с окружающими тканями в специфические взаимодействия, получая нужный ответ организма, а не просто игнорируются тканями. На пленках формируется остеокондуктивная матрица, которая способствует закреплению и более быстрому прорастанию на ней клеток костной ткани, препятствует росту патогенных бактерий [14, 70, 71]. Также титановые материалы имеют ряд преимуществ в технологии изготовления и небольшой удельный вес, что позволяет изготавливать как облегченные протяженные изделия для заполнения

значительных дефектов, так и миниатюрные сложнопрофильные тонкостенные имплантаты для восстановления небольших участков костной ткани. При этом полученные образцы характеризуются высокой удельной прочностью, низкой жесткостью и усталостной стойкостью [12, 47, 70, 79, 80].

### **Существующие подходы и методы имплантологии костных тканей**

Важным аспектом биомеханической совместимости имплантационных материалов является условие, предполагающее минимальное отношение модулей Юнга имплантируемого материала и костной ткани. В противном случае имплантат может вести себя как инородное тело, что приводит к явлению экранирования напряжений [12, 70, 81]. Таким образом, для успешного соединения кости с имплантатом последний не должен экранировать окружающую ткань от характерных физиологических нагрузок и приводить к ее атрофии, а также при нагружении он не должен деформировать и разрушать костную ткань. Также имплантат должен обладать необходимой и достаточной прочностью для долговременной эксплуатации – быть не ниже механической прочности костной ткани.

При вживлении монолитных имплантатов существует множество проблем с прорастанием костной ткани, в том числе вероятность неблагоприятного распределения напряжений в месте примыкания имплантата к костной ткани и возникновения биомеханического рассогласования. Данное обстоятельство зачастую приводит к замедленному или неправильному приживлению имплантируемой конструкции и повторным оперативным вмешательствам [12, 13, 82]. Даже у самого распространенного для имплантации литого сплава Ti6Al4V предел прочности при растяжении составляет 1070 МПа, предел текучести – 930 МПа, модуль упругости находится в диапазоне от 105 до 110 ГПа. Для Ti6Al4V, полученного селективным лазерным плавлением, предел прочности составляет 1095 – 1321 МПа, модуль упругости 110 – 112 ГПа, что превышает модуль упругости компактного вещества кости примерно в 5 раз, а губчатого в 50 [12, 46,

83]. В связи с этим может возникнуть эффект экранирования напряжений, для минимизации которого необходимо обеспечить соответствие модулей упругости ячеистого материала имплантата и трабекулярной составляющей костной ткани. Существуют данные, что модуль упругости ячеистого титана с пористостью 30% почти соответствует модулю упругости кортикальной кости [82].

В настоящее время требования к материалам продолжают расширяться: имплантаты должны способствовать проявлению остеокондуктивных свойств, иметь пористую структуру с сетью каналов, соединенных перемычками, характеризоваться строго определенными размерами пор во время роста тканей [10]. Поры с меньшим или большим размером, чем критический, препятствуют росту кровеносных сосудов. Для формирования сети кровеносных сосудов и снабжения костных клеток питательными веществами сквозной диаметр пор должен быть не меньше 50 мкм, при этом обеспечиваются условия для свободного проникновения эритроцитов, размеры которых составляют 7–10 мкм. Также имплантаты должны характеризоваться большой площадью поверхности, обеспечиваемой либо порами с размерами от 1 до 10 мкм, либо шероховатой поверхностью для успешного закрепления костных клеток на стенках перемычек, что немаловажно на начальном этапе и в процессе роста тканей [7, 10, 12, 84].

В качестве материала для имплантации известен углерод - углеродный имплантат Углекон-М для замещения дефектов нижней челюсти с макропористостью 8,5–10% [18]. Через 2 недели после вживления отмечается прорастание фибробластов в периферические отделы имплантата, однако в цитоплазме макрофагов обнаружены инородные частицы углерода. Гистологическое исследование тканей после вживления углеродного имплантата Углекон-М через 4 месяца показало в соединительных тканях наличие первых признаков остеогенеза, отмечено большое количество плотно уложенных коллагеновых волокон, а также частицы черного цвета. Через 9 месяцев в слоях соединительной ткани просматриваются одиночные костные пластинки, через год отмечено прорастание костной ткани в имплантат и уплотнение краев фрагментов челюсти. Недостатками данного имплантата являются перфорирование слизистой

полости рта, окрашивание мягких тканей в области имплантата, сложности при подгонке к размерам дефекта во время операции, отсутствие опорных элементов под протезы и крепежных элементов, отторжение.

Также известны имплантаты из мелкопористого титана: через 2 месяца после вживления пористого титанового имплантата грубоволокнистая костная ткань сформировалась только по периферии, через 3 месяца наблюдается лишь частичное формирование пластинчатой костной ткани и возникновение единичных очагов прорастания в пористую структуру [13, 74]. У имплантатов из Углекона-М и пористого титана через 2 недели после имплантации сцепление с окружающими тканями отсутствует. Через 4 месяца наблюдается в основном III степень фиксации более чем у 50% образцов, также IV степень наблюдается у Углекона-М – 32,1%, а из пористого титана – 41,7%, через 9 месяцев существенных изменений не происходит, степени фиксации остаются на одном уровне. Таким образом, можно заключить, что мелкопористые титановые и углерод-углеродные имплантаты по сравнению с монолитными конструкциями положительно влияют на процессы остеосинтеза, однако процессы прорастания костной ткани в пористую структуру происходят замедленно.

При решении проблемы восстановления костной ткани челюсти необходимо отметить, что задача выбора материала костного имплантата и зубного протеза должна решаться в комплексе, чтобы избежать явления гальванизма. Например, применение титановых имплантатов совместно с несъемными зубными протезами на основе никелевых сплавов может привести к коррозии последних вследствие возникновения электрохимических потенциалов. В связи с этим нежелательно в рамках одной конструкции использовать элементы электрохимического ряда, расположенные вдали друг от друга [70].

## **1.4 Влияние структурно-технологических параметров на физико-механические свойства имплантатов, полученных методом селективного лазерного плавления**

### **Существующие подходы к прогнозированию физико-механических свойств ячеистых материалов**

Ячеистые материалы по своей структуре можно разделить на регулярные (периодические), нерегулярные и квазирегулярные [3, 85, 86]. При описании непериодических структур используется аппарат теории вероятностей и диаграммы Г.Ф. Вороного, однако физико-механические характеристики получаются непостоянными, результаты усредняются и проследить корреляцию с экспериментальными данными достаточно сложно [12, 63, 85, 87]. Большой скачок в исследовании нерегулярных структур был сделан с помощью рентгеномографии ячеистых пеноматериалов – 3D модели структуры материала и дальнейшем расчете методом конечных элементов [63, 85, 87, 88]. Однако данный подход требует значительных вычислительных мощностей и не гарантирует сохранность первоначального объема данных при операциях сбора, обработки и расчета. В то же время полученные физико-механические характеристики и поля напряжений зачастую согласуются с экспериментальными данными, а также с результатами, полученными при моделировании периодических структур [6, 85 – 87].

Одной из первых моделей для исследования физико-механических характеристик материалов под воздействием одноосной сжимающей нагрузки была модель Гибсона-Эшби, где в качестве единичной ячейки был выбран куб (рисунок 1.3) [85]. Однако в качестве ее недостатков можно выделить квадратное сечение перемычек, которые сопрягаются только в двух взаимно перпендикулярных направлениях. Таким образом, модуль характеризуется избыточным материалом перемычек, и как следствие – модуль Юнга конструкции принимает завышенные значения. Также в узлах модельной ячейки сходятся три перемычки, хотя в костных тканях, ВПЯМ и более сложных ячеистых структурах

сопрягаются не менее четырех и не только в перпендикулярных направлениях. Несмотря на указанные недостатки модель продолжает использоваться для описания структуры пеноматериалов и приближенного расчета физико-механических характеристик регулярных ячеистых структур [7, 12, 85,86].

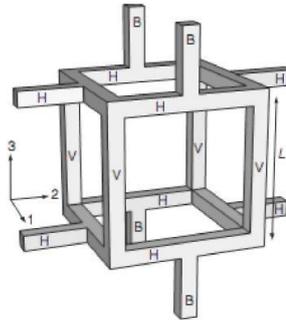


Рисунок 1.3 – Модель единичной ячейки Гибсона-Эшби [85]

Другим подходом к прогнозированию физико-механических свойств является численный анализ методом конечных элементов (МКЭ) регулярных ячеистых моделей, в основе которых лежат правильные многогранники [3, 89]. Правильный многогранник состоит из одинаковых правильных многоугольников и обладает пространственной симметрией. Данный метод позволяет рассчитывать физико-механические характеристики регулярных ячеистых материалов и применять их к нерегулярным структурам. Для удобства расчетов и устранения влияния краевых эффектов единичная ячейка в виде правильного многогранника симметрично транслируется по трем осям и заполняет необходимый объем. Для трехмерного евклидова пространства существует пять правильных многогранников: тетраэдр, октаэдр, куб, икосаэдр, додекаэдр [3, 89, 90]. На рисунке 1.4 показана зависимость доли твердой фазы в ячеистых материалах на основе правильных многогранников от толщины  $t$  и длины перемычки  $a$  [3].

В работе сделан вывод, что наибольшей плотностью и жесткостью обладают структуры на основе тетраэдров и октаэдров, средней – на основе гексаэдров. Наибольшей пористостью обладают структуры на основе икосаэдров

и додекаэдров, однако при приближении толщины перемычки к ее длине формируется пористая закрытая структура [3].

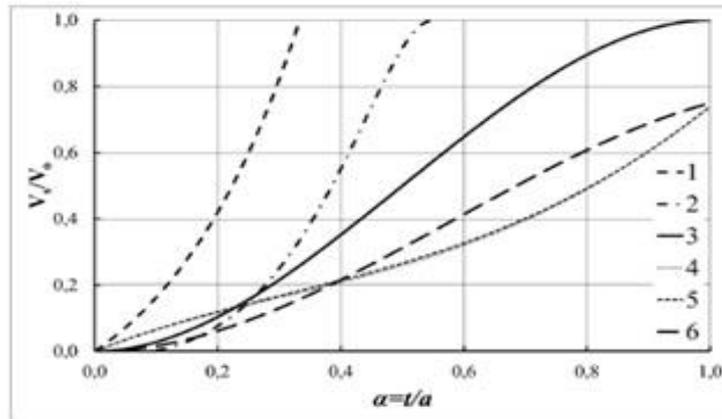


Рисунок 1.4 – Зависимость доли твердой фазы от толщины  $t$  и длины перемычки  $a$  в ячеистом материале, состоящем из: 1 – тетраэдр; 2 – октаэдр; 3 – куб; 4 – икосаэдр; 5- додекаэдр; 6 – сеть из ячеек [3]

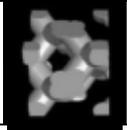
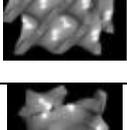
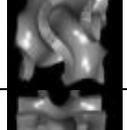
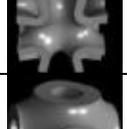
Также в качестве моделей могут применяться и другие варианты ячеек, например, обладающие трансляционной симметрией решетки Бравэ, которая предполагает, что если примитивную ячейку с центром в одной из точек решетки сместить на вектор решетки соединяющие ее 2 точки, то она перейдет в такую же ячейку с центром во второй точке [ 6, 13, 26, 73, 74, 87 – 90].

#### **Физико-механические свойства имплантатов, полученных методом селективного лазерного плавления**

Технология селективного лазерного плавления базируется на создании объектов в соответствии исходными 3D моделями, разработанными в CAD-программах. Возможность предварительного численного анализа будущих изделий в различных CAE - системах открывает широкие возможности для получения изделий с регулярной структурой и заданными физико-механическими свойствами. Создание имплантатов на основе регулярных ячеистых моделей методом селективного лазерного плавления является активно развивающимся направлением современной медицины [7, 26, 43, 73, 80, 91].

В работе [7] проанализированы различные виды ячеек с диаметром  $D=1,5$  мм и различной толщиной перемычки  $t$ , подсчитана пористость ячеистых конструкций высотой 22,5 мм и диаметром 15 мм. Методом конечных элементов (МКЭ) проанализированы конструкции с уменьшенными ячейками размером  $D=0,04$  мм. Сжатию подвергалась не одна ячейка, а ячеистая конструкция для снижения влияния краевых эффектов. Сжимающая нагрузка составила 1 кН, коэффициент Пуассона материала каркаса – 0,3, модуль Юнга – 115 ГПа, результаты расчета представлены в таблице 1.2.

Таблица 1.2 – Результаты численного и экспериментального расчета предела прочности и модуля Юнга [7]

Ячейка	Вид ячейки	$D*d$ , мм	Пористость	$E_{расч}$ , ГПа	$\sigma_{расч}$ max по Мизесу, МПа	$E_{эксп}$ , ГПа	$\sigma_{эксп}$ , МПа
Ромбический додекаэдр (Rd)		1,5*0,332	0,63	15,5	82	3,2	–
Алмазоподобная (D-sb)		1,5*0,491	0,61	17	75	6,4	122
Балочная (G-sb)		1,5*0,651	0,63	16	49	5	92
Октаэдрическая (O-sb)		1,5*0,288	0,62	16	75	4,5	–
Алмазоподобная оптимизированная (D-ms)		1,5*0,157	0,62	16,5	45	–	–
Героид (G-ms)		1,5*0,188	0,63	15,5	55	–	–
Изометрическая (I-ms)		1,5*0,152	0,65	14	52	–	–
Примитивная (p-ms)		1,5*0,25	0,62	17	56	–	–

Данные подтверждают, что результаты расчета модуля Юнга, полученные с помощью модели Гибсона – Эшби по сравнению с МКЭ несколько завышены для всех ячеек (рисунок 1.5), наиболее близкие значения получены для простой балочной структуры, схожей с модельной кубической структурой Гибсона-Эшби. Однако и для нее имеются расхождения при различных пористостях, так в области значений пористости от 0,5 до 0,6 превышение расчетных данных по модели Гибсона-Эшби составляет 18 % (рисунок 1.6), однако при пористостях более 0,65 получают более низкие значения.

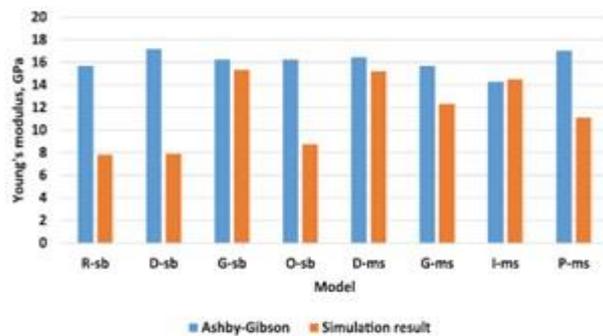


Рисунок 1.5 – Сравнение модулей Юнга различных ячеек, полученных с помощью модели Гибсона-Эшби и МКЭ [7]

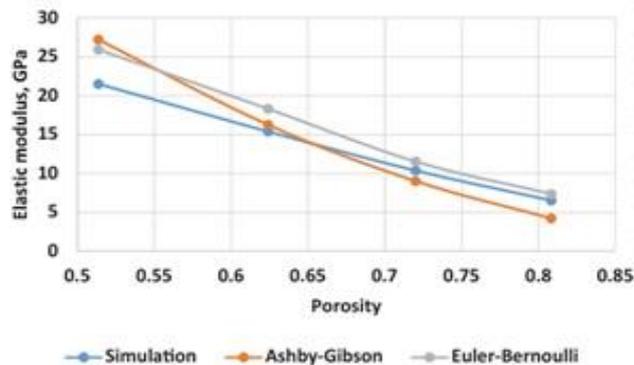


Рисунок 1.6 – Зависимость модуля Юнга от пористости для балочной ячейки (G-sb) [7]

Отмечено, что расчетные значения модулей упругости составляют 11–18 МПа, что в 2–3 раза превышает экспериментальные данные. Такие отклонения возможны вследствие производственных дефектов: пористость, шероховатость поверхности, изменение микроструктуры и остаточные напряжения, которые

могут снижать модуль упругости и предел прочности. В работе [7] сделан вывод, что ячейки с минимальной площадью поверхности более равномерно распределяют напряжения под действием вертикальной и угловой нагрузки. Расчетные модули упругости ячеистых структур составили 8–16 ГПа, сделан вывод, что все данные ячеистые конструкции в большей или меньшей степени могут применяться в качестве материалов для имплантации и не приведут к возникновению эффекта экранирования напряжений. В качестве критерия для выбора геометрии макроструктуры использовались условия: модуль Юнга ячеистого материала для имплантатов должен быть меньше 21,5 ГПа.

Авторами [12] рассматриваются технологии получения имплантатов для замены бедренной и большеберцовой кости, имеющих ячеистую структуру. Методом компьютерной томографии было произведено сканирование ВПЯМ на основе алюминиевого сплава, затем методом селективного лазерного плавления были выращены образцы на основе сплава Ti6Al4V. Однако при сканировании структуры происходит наследование дефектов, присущих методу изготовления ВПЯМ дублированием полимерной матрицы, которые затем передаются изделиям, полученным на основе лазерного плавления. Данный метод позволяет увеличить шероховатость поверхности, что должно положительно сказаться на остеоиндуктивных свойствах, однако данные о вживлении полученных образцов и преимуществах неравномерных структур при формировании костной ткани отсутствуют. Стоит отметить трудоемкость данного метода при создании больших объемов stl файлов для последующего лазерного плавления [86] [85]. Авторами предложены конструкции, сочетающие в себе монолитный и сетчатый имплантат, замещающий кортикальную и трабекулярную части большеберцовой кости [12].

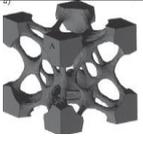
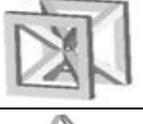
В работах [63] исследовались регулярные (ячеистые) и нерегулярные (на основе пеноматериала) конструкции, полученные селективным лазерным плавлением с пористостью 62-92%. Показано, что регулярные ячеистые структуры имеют больший предел прочности при сжатии, чем нерегулярные [63]. Также определено, что пеноматериалы обладают большей жесткостью по

сравнению с регулярными структурами. Модуль Юнга нерегулярной структуры оказался на 5-10% выше, чем для конструкций на основе додекаэдра [88]. Результаты анализа различных ячеистых конструкций, полученных лазерным плавлением порошка Ti6Al4V, представлены в таблице 1.3.

Таблица 1.3 – Физико-механические характеристики ячеистых структур

Ячейка	Вид ячейки	$D*d$ , мм	Пористость	$E_{\text{эксп}}$ ГПа	$\sigma_{\text{эксп}}$ , МПа
Объемно-центрированная кубическая (ОЦК) [92]		2*0,3	0,96	0,2	4
		3*0,3	0,92	0,4	18
Гранецентрированная кубическая с вертикальными балками (ГЦКв) [92]		2*0,3	0,91	0,65	14
		3*0,3	0,82	1,3	50
ОЦК + ГЦКв [92]		2*0,3	0,87	0,7	20
		3*0,3	0,75	1,4	70
ОЦК + ГЦКв с поворотом на 90° [92]		2*0,3	0,87	0,85	24
		3*0,3	0,75	1,2	90
ОЦК + ГЦКв с вертикальными и горизонтальными балками [92]		2*0,3	0,79	0,9	32
		3*0,3	0,6	2,0	124
Ячеистый кубоид [43]		2* d	0,4	34,2	320
		2* d	0,5	20,18	280
		1* d	0,6	16,8	–
		2* d		14,48	199
		3* d		12,8	145
		4* d		10,44	137
		6* d		9,06	126
		2* d	0,7	9,45	104
		2* d	0,8	4,02	48

Продолжение таблицы 1.3

Кубическая сотовая [12]		$5 * d$	0,65	6,78	–
Решетчатая [12]		$D * 0,9$	0,88	0,58	–
Кубическая [12]		$D * 1,4$	0,75	3,67	–
Кубическая с центральными опорными балками (КЦБ) [12]		$D * 1,1$	0,59	6,74	–
КЦБ под углом $90^\circ$ [12]		$D * 1,1$	0,59	3,03	–
Додекаэдр [12, 63]		$D * 0,3$	0,64	6,15	–
		$D * 1,08$	0,86	0,54	12,4
		$D * 0,94$	0,83	0,89	20,9
		$D * 0,86$	0,79	1,38	28,6
		$D * 0,77$	0,73	2,99	59,4
		$D * 0,72$	0,62	6,34	112,8

Методом селективного лазерного плавления авторами было изготовлено шесть видов пористых структур на основе кубической ячейки размером 2 и 3 мм с различным сочетанием упрочняющих элементов [92]. Режимы плавления: мощность лазерного излучения 175 Вт, скорость сканирования 710 мм/с, объемная плотность энергии 68,55 Дж/мм<sup>3</sup>. Проведено сравнение пористостей образцов, рассчитанных по 3D моделям и объемного-весовым методом, отклонение составило 20-30%. Кривые напряжения и деформации показали, что их разрушение при сжатии имеет схожий характер. Таким образом, сделан вывод, что критерий Максвелла (ячейка не должна являться механизмом), сформулированный в работе [3], является не достаточным условием для прогнозирования механических свойств, так как он не учитывает значительное влияние направления нагрузки на жесткость ячеистой конструкции [92].

В работе [43] проанализированы ячейки с пористостью 40–80 %, наилучшим вариантом были признаны конструкции с размером ячейки 2–4 мм, пористостью 50 – 60%, модулем упругости 9–34 ГПа, однако области применения не были обозначены. Был сделан вывод, что прочность на сжатие пористых структур уменьшается с увеличением размера элементарной ячейки или пористости, большей стабильностью отличаются образцы с меньшим размером элементарной ячейки [43].

Следует отметить, что в работах по разработке и созданию ВПЯМ отсутствует информация по вживлению имплантатов на основе полученных ячеистых материалов, процессы формирования костной ткани не изучены, оценить биомеханические свойства пористых структур не представляется возможным. Варьирование диаметра ячеек, пористости имплантатов и их физико-механических характеристик должно осуществляться соразмерно замещаемым участкам и в соответствии с характером повреждения костной ткани. Так для имплантатов, заменяющих большие участки тканей, например, большеберцовые и бедренные кости размер ячеек может варьироваться в больших пределах, чем для участков челюсти. Имплантаты с меньшей пористостью способны выдерживать большие нагрузки, но процесс формирования в них костной ткани происходит медленнее [12].

### **Выводы по главе 1**

1. ВПЯМ благодаря высоким технологическим характеристикам: высокая пористость (от 78 до 98%) и проницаемость, развитая регулируемая поверхность, высокая для данного уровня пористости прочность и регулируемая жесткость и т.д., широко используются в различных отраслях промышленности, особое значение имеют для медицины, однако большинство используемых в настоящее время технологических методов не всегда позволяет обеспечить требуемое качество ВПЯМ в сочетании с возможностью прогнозирования и регулирования их структуры и свойств.

2. Традиционные способы замещения костной ткани материалами биологической природы характеризуются высокой травматичностью, технической сложностью, длительностью оперативного вмешательства и последующего восстановительного периода, при этом перспективным направлением в имплантологии является использование для изготовления имплантатов высокопористых металлических материалов, отвечающих комплексу требований, предъявляемых к костным тканям, и позволяющим осуществлять направленную тканевую регенерацию в объеме пористого материала.

3. В качестве материалов для биосовместимых имплантатов, обладающих требуемым комплексом физико-механических и биологических характеристик (высокая ударная прочность, низкая жесткость, хорошая стойкость к коррозии и усталости в биологических средах, способность к остеоинтеграции), широкое применение находят титановые сплавы, однако вопросы формирования структуры и свойств высокопористых материалов на основе титановых сплавов, а также их поведение в процессе механического нагружения, имитирующего реальные нагрузки на костную ткань, являются недостаточно изученными.

4. Общий интервал значений предела прочности при сжатии здоровой трабекулярной костной ткани человека находятся в пределах 1,2 – 80 МПа, модуля упругости – от 0,02 до 4 ГПа. При этом для предела прочности трабекулярных костей челюстно-лицевой области наиболее характерны средние значения прочности 1,2 – 22 МПа, модуля упругости – от 0,4 до 2 ГПа.

5. Перспективным технологическим методом получения высокопористых материалов является селективное лазерное плавление, позволяющее осуществлять целенаправленное формирование требуемой структуры и свойств, однако использование данного способа должно базироваться на комплексных теоретических и экспериментальных исследованиях, связанных с изучением закономерностей поведения создаваемых высокопористых материалов при различных видах нагружения в зависимости от структуры и свойств материала их каркаса.

б. Проблема создания высокопористых материалов должна решаться в комплексе с медицинскими аспектами, так большие значения предела прочности и модуля упругости не всегда положительно сказываются на взаимодействии имплантата с окружающей костной тканью, а также на значениях макропористости конструкции и дальнейших процессах остеоинтеграции. Медицинские аспекты применения ВПЯМ на основе Ti6Al4V с различной макропористостью и размерами ячеек для изготовления имплантатов, соответствующих внутренней архитектонике костной ткани и их влияние на механизмы формирования костной ткани в объемах материала изучены недостаточно.

### **Цель работы и постановка задач исследований**

Целью диссертационной работы является 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.

## **2 ХАРАКТЕРИСТИКИ ИСХОДНЫХ МАТЕРИАЛОВ, ОБОРУДОВАНИЯ И МЕТОДИКИ ИССЛЕДОВАНИЯ**

Основная часть экспериментальных исследований осуществлялись на базе центра коллективного пользования «Центр аддитивные технологии» ПНИПУ в лаборатории лазерной наплавки и спекания порошковых сплавов. Исследование порошковых материалов, а также механические испытания проводились в центре коллективного пользования «Порошковое материаловедение и наноматериалы» ПНИПУ. Исследования по вживлению ячеистых имплантатов проводились на базе Центральной научно-исследовательской лаборатории ПГМУ имени ак. Е.А. Вагнера.

### **2.1 Методика определения гранулометрического состава Ti6Al4V**

Гранулометрический состав порошка Ti6Al4V (Realizer GmbH), полученного методом плазменной атомизации, определялся с помощью анализатора размера частиц Analysette 22 NanoTec (Fritsch) методом лазерной дифракции по ГОСТ 8.777-2011 ГСИ. Длина волны составляла 650 нм, пределы измерений в жидкой или сухой среде – от 0,01 до 2000 мкм. Метод позволяет определить диапазон распределения размеров частиц, средний размер частиц и их форму [93].

### **2.2 Сканирующая электронная микроскопия**

Сканирующая электронная микроскопия позволяет исследовать материал образцов с помощью вторичных и/или отраженных электронов, а также позволяет получать информацию о микротопографии поверхности (шероховатости) [94]. Исходный порошок анализировался с помощью сканирующего электронного микроскопа Phenom G2 Pro с возможным увеличением в диапазоне 80–150000X и ускоряющем напряжении 5–15 кВ.

Для анализа микротопографии поверхности и изломов структурных элементов ячеистых материалов использован сканирующий электронный

микроскоп VEGA3 Tescan при ускоряющем напряжении 20 кВ, совмещенный с энергодисперсионным спектрометром Quantax для количественного анализа элементного состава.

### **2.3 Методика измерения удельной поверхности порошка**

Величина удельной поверхности измерялась на адсорбционной установке Sorbi 4.1 (Meta), в качестве газа-адсорбата использовался азот. Исследование проводилось по 4-х точечному методу БЭТ (названного по фамилиям учёных - разработчиков Брунауэра, Эммета и Теллера). Порошковую пробу помещают в ампулу, вакуумируют, затем заполняют газом и определяют объём пространства над адсорбентом в ампуле и трубопроводах. После вторичной откачки заполняют азотом резервуар с известной ёмкостью, фиксируют давление газа и определяют его количество. Ампулу с порошком охлаждают, погружая в жидкий азот с температурой  $-196\text{ }^{\circ}\text{C}$ , и заполняют пространство над порошком газообразным азотом из резервуара. После установления равновесия между адсорбентом (порошок) – газ-адсорбатом (азот), вычисляют объём азота, адсорбированный порошком (разность между объёмом введённого в резервуар азота и объёмом остаточного газа). Проводится несколько повторных измерений при возрастающих давлениях газа и строится изотерма адсорбции, с помощью которой определяют величину удельной поверхности порошка [95].

### **2.4 Методика определения основных технологических свойств порошкового материала**

Плотность свободно насыпанного сухого порошка (насыпная плотность) определялась измерением массы порошка при заполнении емкости заданного объема с помощью воронки, расположенной сверху на известном расстоянии.

Плотность утряски измерялась путем взвешивания определенного количества порошка с последующим встряхиванием в градуированной емкости. Испытания останавливали, когда прекращалось уменьшение объема. Определение

насыпной плотности и плотности утряски проводилось в соответствии с ГОСТ 19440 и ГОСТ 25279 соответственно [96, 97].

Текучесть навесок порошка массой  $50 \pm 0,1$  г определялась с помощью калиброванной воронки (прибора Холла) с диаметром выходного отверстия 2,5 мм и секундомера в соответствии с ГОСТ 20899-98 и составила 19 с/ 50г [98].

## **2.5 Методика определения элементного состава**

Для получения данных об элементном составе вещества использовался метод энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа спектра, полученного при воздействии на исследуемый материал рентгеновского излучения [94]. Элементный состав исходного порошкового материала определяли на спектрометре EDX-800HS (Shimadzu), среда анализа – воздух, исследование порошковой пробы выполнено в кювете с полипропиленовым окном, коллиматор 5 мм.

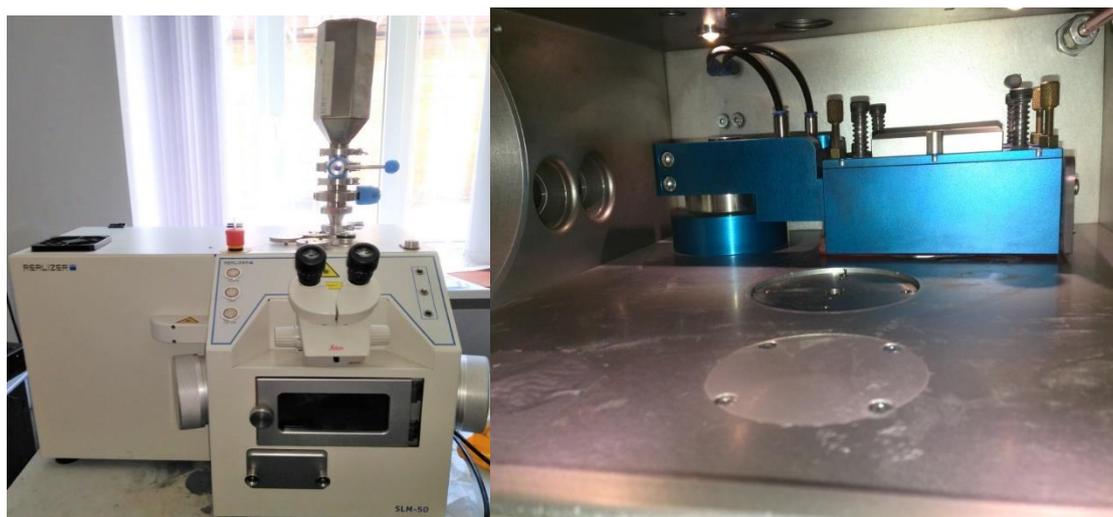
## **2.6 Оборудование для селективного лазерного плавления**

Изготовление опытных образцов и деталей проводилось методом селективного лазерного плавления на установке Realizer SLM-50 (рисунок 2.1). Установка оснащена иттербиевым волоконным лазером и оптической системой, которая позволяет варьировать диаметр пятна лазера, что увеличивает точность построения, позволяет работать с ячеистыми материалами, позволяет более детально проработать мелкие элементы. Устанавливалось минимальное значение диаметра – 20 мкм, таким образом, минимальная толщина изделия может составлять 60 мкм [21, 99]. Высота рабочей камеры составляет 40 мм, возможная толщина обрабатываемого слоя – 20 – 50 мкм, диапазон мощностей охватывает диапазон 25 – 100 Вт, минимальное время выдержки (засветки одной точки)  $t=20$  мкс, минимальное расстояние между точками  $L=5$  мкм.

Для защиты порошкового материала от окисления процесс происходит в защитной атмосфере аргона, что особенно важно для таких порошков как титан и

его сплавы, ввиду их химической активности при высоких температурах [38]. Для плавления образцов использовалась закрытая герметичная камера, в зоне построения создается постоянный направленный поток защитного газа – аргона высокой чистоты с содержанием кислорода не более 0,001 об. % согласно показаниям датчика. В камере поддерживается давление порядка 8–10 мБар, при его изменении, включается автоматическая подача газа, также благодаря продувке аргоном из зоны построения могут удаляться частицы расплавленного металла в виде искр.

Установка оснащена сменными платформами для построения изделий Ø70 мм из различных материалов (титан, сталь, алюминий), которые подбираются в зависимости от исходного порошкового материала для обеспечения адгезии.



а)

б)

а) Общий вид оборудования; б) Изображение камеры для плавления

Рисунок 2.1– Установка для селективного лазерного плавления Realizer SLM-50

Исходными данными для процесса селективного лазерного плавления являются 3D модели детали, сформированные с помощью различных систем автоматизированного проектирования (САПР) [100]. Для данных целей использовались системы PowerShape (Delcam) и NX (Siemens PLM Software), в которых были сформированы stl файлы, все объекты моделей представляли собой

листовые или твердые тела. Подготовка файлов для лазерного плавления проводилась в программном пакете Magics (Materialize): осуществлялось позиционирование 3D моделей на подложке, строились поддержки между платформой для сплавления и деталью для ее дальнейшего бездефектного удаления, а также для обеспечения заданной геометрии в процессе построения. Затем производилось рассечение детали на слои в соответствии с толщиной обрабатываемого слоя, при необходимости назначались отступы от контура модели, создавались файлы модели и поддержек формата f&s, содержащие необходимую информацию о геометрических характеристиках для изготовления деталей.

Управление установкой происходит в интерактивном режиме с помощью программного обеспечения Controller for Realizer SLM-50. Запускаются исполняемые файлы формата f&s, настраивается файл материала с указанием режимов обработки, при необходимости назначается заливка области. Исходным материалом для процесса сплавления является порошок, который поступает в рабочую камеру из накопительного контейнера при помощи шнека, захватывается устройством подачи и непрерывно вводится в зону обработки.

Сущность процесса СЛП состоит в том, что единичный слой порошкового материала, распределенный по платформе специальным разравнивающим устройством, подвергается лазерному воздействию в соответствии с назначенными технологическими режимами. Траектория движения лазерного луча послойно повторяет геометрию объекта в соответствии с 3D моделью, в результате частицы порошка сплавляются, подложка опускается на расстояние, соответствующее единичному обрабатываемому слою. Образец формируется в слое порошка, процесс циклически повторяется, на начальном этапе строятся поддержки, а затем и сама деталь [19, 20, 21, 35, 101].

Для лазерного плавления плотных образцов использовалась «двухзонная» стратегия обработки, предполагающая изменение направления на  $90^\circ$  от слоя к слою.

Отработанный порошок попадет в отдельный накопительный контейнер, после просеивания с помощью оборудования ReaLizer Sieving-Station PS 02 с дальнейшим вакуумированием на установке Renishaw PLC 5/01 Vario Vacuum Casting Machine Renishaw может быть использован повторно.

## 2.7 Методика металлографических исследований

Металлографические исследования включали необходимый комплекс мероприятий по подготовке и исследованию образцов. Отрезка деталей от платформы проводилась на проволочно-вырезном электроэрозионном станке EcoCut с помощью латунной проволоки диаметром 0,25 мм марки VercoCut, с использованием чистой дистиллированной воды. Для подготовки образцов и дальнейшего получения шлифов использовался заливочный пресс LECO PR4X, с помощью которого образцы запрессовывались в бакелит.

Пористость нетравленной поверхности образцов анализировалась с помощью программного обеспечения «ВидеоТест». Травление поверхности производилось концентрированной плавиковой и азотной кислотами, проводился анализ микроструктуры и глубины зоны проплавления. Исходные порошки и полученные образцы анализировались методом оптической микроскопии на металлографическом микроскопе Olympus GX 51 с возможными увеличениями 100–1000X.

## 2.8 Рентгеноструктурный анализ

Рентгеновский структурный анализ проводили на дифрактометре XRD-6000 (Shimadzu, Япония), с возможным диапазоном скоростей сканирования от 0,1 до 50 град/мин и углов сканирования от -60 до 163°, в  $\text{CuK}_\alpha$ -излучении. Данный тип анализа позволяет исследовать анализируемый объект по интенсивностям и распределению в пространстве рассеянного на нем рентгеновского излучения. Обработку полученных дифрактограмм проводили в программном пакете

Shimadzu XRD-6000/7000 V5.21, расшифровку – с помощью лицензионной базы данных International Centre for Diffraction Data [94].

## 2.9 Методика определения микротвердости

Исследование микротвердости проводили с помощью твердомера ПМТ-3, для получения отпечатков был использован груз массой 100г, индентор представлял из себя алмазную пирамидку с углом при вершине  $136^\circ$  между противоположными гранями пирамиды. Измерялись длины диагоналей отпечатков, средние значения длин переведены в значения микротвердости при помощи таблиц ГОСТ 9450 [102].

## 2.10 Методика определения механических свойств

Моделирование механических свойств осуществлялось с помощью программного пакета Ansys Workbench, для оценки прочности ячеистых образцов использовалась гипотеза прочности Мизеса.

Величина внешнего прикладываемого давления рассчитывалась следующим образом:

$$P = \frac{F \cdot N}{S}, \quad (2.1)$$

где  $P$  – внешнее прикладываемое давление к конструкции, МПа;  $F$  – узловая сила, Н;  $S$  – площадь приложения давления, рассчитываемая как квадрат трех диаметров ячейки,  $m^2$ ,  $N$  – количество узлов в вершинах ячеек в верхней плоскости приложения давления, для данного случая  $N = 36$ .

Механические испытания плотных и ячеистых образцов проводились на универсальной напольной электромеханической испытательной машине Instron 5885Н (рисунок 2.2). Испытания плотных материалов проводились в соответствии с техническими требованиями ГОСТ Р 57756-2017 [30, 103 – 104].

Физико-механические характеристики ячеистых материалов определялись в соответствии с международным стандартом ISO 13314:2011 «Механические испытания металлов. Испытания на пластичность. Испытания пористых и ячеистых металлов» [105].



Рисунок 2.2 – Универсальная напольная электромеханическая испытательная машина Instron 5885Н

### **2.11 Методика планирования эксперимента и статистической обработки результатов измерений**

Цель проведения экспериментальных исследований – получение зависимостей, позволяющих оценить влияние режимов лазерного плавления на параметры дорожек, имитирующих геометрию перемычек ячеистого материала. Предварительные оценочные (поисковые) эксперименты были выполнены с помощью полного факторного эксперимента [106 – 110]. При планировании эксперимента рассматривались все возможные комбинации факторов на двух уровнях: верхнем и нижнем.

Количество необходимых опытов определяется по формуле:

$$N = 2^n, \quad (2.2)$$

где  $n$  – число факторов.

Полный факторный эксперимент с количеством опытов  $N=8$  состоял из следующих этапов [106 – 110]:

1. Выбор целевой функции  $y$  и факторов эксперимента.
2. Кодирование факторов проводилось в соответствии с формулами:

$$X_i = \frac{x_i - x_{i0}}{\Delta x_i} \quad (2.3)$$

$$\Delta x_i = \frac{x_{i \max} - x_{i \min}}{2}, \quad (2.4)$$

где  $X_i$  – кодированное значение  $i$ -го фактора;  $x_i$  – натуральное значение  $i$ -го фактора;  $x_{i0}$  – значение фактора на нулевом уровне (центр плана);  $\Delta x_i$  – шаг варьирования  $i$ -го фактора,  $x_{i \max}$  – значение фактора на верхнем уровне;  $x_{i \min}$  – значение фактора на нижнем уровне.

3. Составление матрицы планирования (таблица 2.3) [106 – 110].

Таблица 2.1 – Матрица планирования

№ опыта	$X_0$	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_1X_2$	$X_1X_3$	$X_2X_3$	$X_1X_2 X_3$	$y_{j1}$	$y_{j2}$	$y_{j3}$	$\bar{y}_j$
1	+	-	-	-	+	+	+	-	$y_{11}$	$y_{12}$	$y_{13}$	$\bar{y}_1$
2	+	+	-	-	-	-	+	+	$y_{21}$	$y_{22}$	$y_{23}$	$\bar{y}_2$
3	+	-	+	-	-	+	-	+	$y_{31}$	$y_{32}$	$y_{33}$	$\bar{y}_3$
4	+	+	+	-	+	-	-	-	$y_{41}$	$y_{42}$	$y_{43}$	$\bar{y}_4$
5	+	-	-	+	+	-	-	+	$y_{51}$	$y_{52}$	$y_{53}$	$\bar{y}_5$
6	+	+	-	+	-	+	-	-	$y_{61}$	$y_{62}$	$y_{63}$	$\bar{y}_6$
7	+	-	+	+	-	-	+	-	$y_{71}$	$y_{72}$	$y_{73}$	$\bar{y}_7$
8	+	+	+	+	+	+	+	+	$y_{81}$	$y_{82}$	$y_{83}$	$\bar{y}_8$

4. Для исключения систематических ошибок опыты по плану эксперимента проводили в соответствии с принципом рандомизации.

5. Для компенсации случайных погрешностей опыты каждой строки

выполнялись  $k$  раз.

6. По результатам  $k$  параллельных опытов для каждой строки матрицы рассчитывали среднее выборочное  $\bar{y}_j$ :

$$\bar{y}_j = \frac{1}{k} \sum_{i=1}^k y_{ji}, j = 1 \dots N, \quad (2.5)$$

где  $i$  – номер параллельного опыта;  $y_{ij}$  – натуральное значение определяемой величины в  $i$ -м параллельном опыте  $j$ -й строки матрицы планирования.

7. Находили выборочную дисперсию  $S_j^2$  каждого опыта по формуле:

$$S_j^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (y_{ji} - \bar{y}_j)^2}{k - 1}. \quad (2.6)$$

8. Находили среднеквадратичное отклонение  $S_j$  по формуле:

$$S_j = \sqrt{S_j^2}. \quad (2.7)$$

9. Для проверки однородности дисперсии и воспроизводимости опытов используем критерий Кохрена (Gr-критерий):

$$G_p = \frac{S_j^2_{\max}}{\sum_{j=1}^N S_j^2}. \quad (2.8)$$

Если  $G_p \leq G_{\text{табл}}$ , то делается вывод об однородности дисперсии, воспроизводимости опытов и распределению данных согласно нормальному закону с доверительной вероятностью 95% [110, 111].

10. Если условие пункта 10 выполнялось, то определяли дисперсию воспроизводимости (средняя дисперсия):

$$S_y^2 = \frac{\sum_{i=1}^N S_j^2}{N}. \quad (2.9)$$

11. Зависимость целевой функции от выбранных факторов представлена уравнением регрессии в виде полинома:

$$\hat{y} = b_0 + \sum_{i=1}^k b_i x_i + \sum_{i \neq j}^k b_{ij} x_i x_j. \quad (2.10)$$

12. Коэффициенты уравнения регрессии рассчитывали по формулам:

$$b_0 = \frac{\sum_{j=1}^N \bar{y}_j}{N}, \quad (2.11)$$

$$b_i = \frac{\sum_{j=1}^N X_{ij} \bar{y}_j}{N}, i \neq j \quad (2.12)$$

$$b_{il} = \frac{\sum_{j=1}^N X_{ij} X_{jl} \bar{y}_j}{N}, i \neq j, j \neq l, \quad (2.13)$$

где  $i, l$  – номера факторов;  $X_{ij} X_{jl}$  – кодированные значения факторов в  $j$ -м опыте.

13. Проверка статистической значимости коэффициентов проводилась с помощью  $t$ -критерия Стьюдента при доверительной вероятности 95%. Для ПФЭ ошибки всех коэффициентов определялись по формуле:

$$S(b_i) = \frac{S(y)}{\sqrt{Nk}}, \quad (2.14)$$

где  $N$  – число независимых опытов,  $k$  – число параллельных опытов.

14. Также определяли доверительные интервалы длиной  $2\Delta b$ :

$$\Delta b_i = tS(b_i), \quad (2.15)$$

при этом значение  $t$  выбирали для числа степеней свободы  $f = N(k - 1)$  [110, 111].

15. Статистически незначимые коэффициенты уравнения регрессии в соответствии с  $t$ -критерием Стьюдента исключали после проверки условия  $\frac{|b_i|}{s(b_i)} < t$ .

16. Адекватность модели проверяли по  $F$ -критерию Фишера, для этого вначале рассчитывали дисперсию адекватности:

$$S_{\text{ад}}^2 = \frac{k}{N-\lambda} \sum_{j=1}^N (\bar{y}_j - \hat{y}_j)^2, \quad (2.16)$$

где  $\lambda$  – количество значимых факторов,  $\hat{y}_j$  – расчетное значение целевой функции.

17. Находили расчетное значение  $F$ -критерия и сравнивали его с табличным

$$F_p = \frac{S_{\text{ад}}^2}{S_y^2}. \quad (2.17)$$

Если  $F_p \leq F_{\text{табл}}$ , то регрессионное уравнение считается адекватным при степенях свободы  $f_{\text{ад}} = N - \lambda$ ,  $f_{\text{воспр}} = N(k - 1)$  с доверительной вероятностью 95% [110, 111].

18. Далее осуществлялся переход к натуральным значениям факторов по формулам (2.3) и (2.4), путем подстановки в уравнение вместо кодовых натуральные значения факторов.

Обработка полученных данных осуществлялась с помощью программ «Microsoft Excel 2010» и «Mathcad 2015».

## 2.12 Методика клинических испытаний имплантатов

Все эксперименты выполнены в соответствии с Приказом Министерства здравоохранения от 12.08.1977 г. № 755, Европейской конвенцией о защите

позвоночных животных, используемых для экспериментов или в иных научных целях от 18.03.1986 (с изменениями от 02.12. 2005 г. ETS № 170).

На начальном этапе проводилось внедрение ячеистых образцов в основание хвоста лабораторным животным (ввиду сходности гистологического строения трабекулярной костной составляющей ткани челюстей и позвонков), затем осуществлялось вживление в челюсти [26].

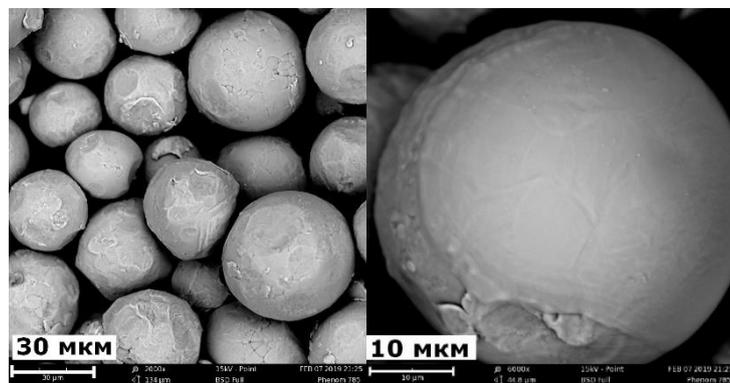
В процессе проведения экспериментальных исследований по вживлению имплантатов с ячеистой макроструктурой проводилась оценка интегральных показателей общего состояния лабораторных животных (температурная реакция, поведение, аппетит), а также местная реакция тканей, окружающих область вживления, на оперативное вмешательство.

Характеристики и процессы формирования костной ткани в ячейках имплантатов исследовались после выведения лабораторных животных из эксперимента с помощью гистологического метода. Осуществлялся забор новообразованных тканей в ячейках имплантата, а также костной структуры вместе с имплантатом для определения степени фиксации. Образцы помещались в 10% нейтральный формалин, затем заливались в парафин. Полученные шлифы окрашивались гематоксилином и эозином и по методу ван Гизона, дальнейшие исследования проводились с помощью оптического микроскопа Olympus GX51.

### 3 РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИИ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО ПЛАВЛЕНИЯ ДЛЯ ФОРМИРОВАНИЯ ПЕРИОДИЧЕСКОЙ СТРУКТУРЫ АРМИРУЮЩЕГО КАРКАСА КОСТНОЙ ТКАНИ

#### 3.1 Характеристики исходного порошкового материала Ti6Al4V

Исходный порошок Ti6Al4V, полученный методом плазменной атомизации, анализировался с помощью растрового электронного микроскопа Phenom G2 Pro, полученные СЭМ – изображения приведены на рисунке 3.1.



а)

б)

а) увеличение 2000 X; б) увеличение 6000 X

Рисунок 3.1 – СЭМ–изображение порошка Ti6Al4V

Можно отметить, что частицы отличаются правильной равноосной геометрической формой, поверхностная структура практически свободна от сателлитов и оболочек в виде аморфного панциря.

Гранулометрический состав исходного порошкового материала определялся с помощью лазерного дифракционного анализатора Analysette 22 NanoТес. Было выявлено, что размеры частиц  $d$  лежат в диапазоне от 13,457 до 57,885 мкм, распределение частиц  $r$  подчиняется нормальному закону, результаты представлены на рисунке 3.2. Рекомендуемый размер частиц порошка для аддитивных технологий по ГОСТ Р 57556 составляет 10 – 65 мкм, исходный порошок укладывается в данный диапазон [30].

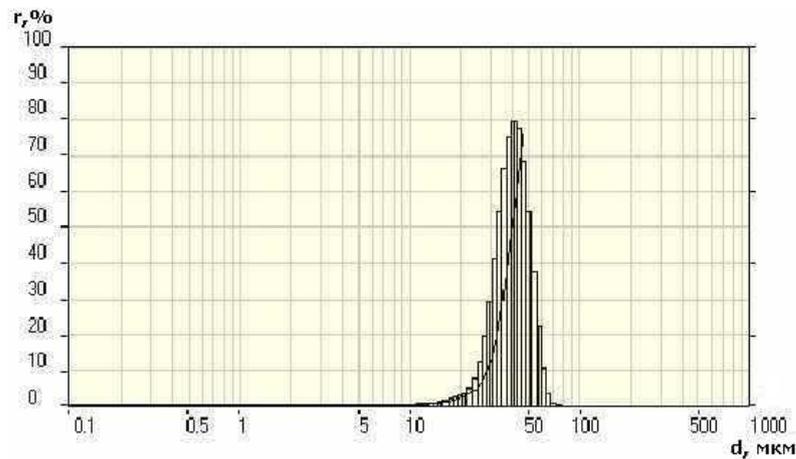


Рисунок 3.2 – Гранулометрический состав порошка Ti6Al4V

Частицы характеризуются сферической формой, средний размер  $d_{50}$  составил 39,476 мкм, процентные содержания весовой доли частиц заданного размера менее 10% ( $d_{10}$ ) и 90% ( $d_{90}$ ) от общего содержания составили 27,840 мкм и 51,917 мкм соответственно [112].

Удельная поверхность порошкового материала представляет собой сумму всех наружных поверхностей частиц, составляющих единицу его объёма или массы, и во многом определяет поведение порошка при последующих операциях сплавления. Удельная поверхность зависит от формы частиц, размера и степени развитости их поверхности, так при уменьшении размера, усложнении формы и увеличении шероховатости поверхности частиц значение удельной поверхности увеличивается [28]. Величина удельной поверхности измерялась на адсорбционной установке Sorbi 4.1 и составила 0,14 м<sup>2</sup>/г [29, 73, 95].

Основными технологическими характеристиками порошка являются насыпная плотность, плотность утряски, текучесть, которые зависят от формы частиц, строения их поверхности, а также от гранулометрического состава [27]. Таким образом, данные параметры выше у частиц правильной геометрической формы с распределением частиц по размерам, подчиняющихся нормальному закону, так как достигается максимальная плотность укладки [29].

Высокие величины плотности свободно насыпанного сухого порошка (насыпная плотность) имеет большое значение для равномерного поступления

порошка в камеру, а также для формирования равномерного слоя при селективном лазерном плавлении. Плотность утряски порошкового материала оказывает влияние на его способность к компактированию без деформации частиц, при этом достигается структурное уплотнение с сокращением объема до 20%. Насыпная плотность, плотность утряски и текучесть составили 2,3 г/см<sup>3</sup>; 2,7 г/см<sup>3</sup> и 19 с/50г соответственно [29, 73, 96 – 98].

Результаты энергодисперсионного рентгенофлуоресцентного анализа элементного состава порошкового материала Ti6Al4V с помощью спектрометра EDX-800HS (Shimadzu) представлены в таблице 3.1 [29].

Таблица 3.1 – Элементный состав исходного порошка Ti6Al4V

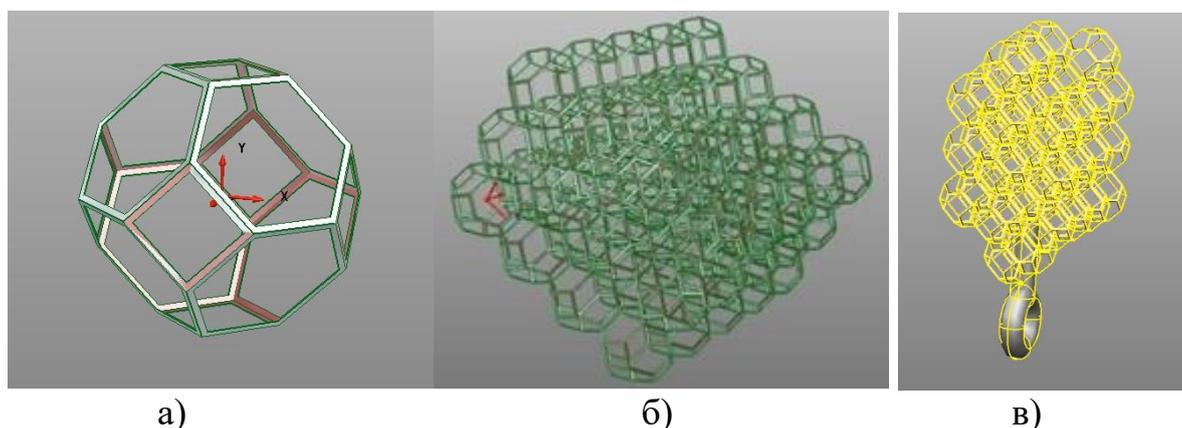
	Содержание металлических элементов, %					
	Al	V	Si	Cu	Fe	Ti
Анализ	6,29	4,09	-	-	-	Остальное
ГОСТ Р ИСО 5832-3	5,3-6,75	3,5-4,5	-	-	0 - 0,3	Остальное
ASTM F136-02a, F2924	5,5 - 6,5	3,5 - 4,5	-	-	0 - 0,25	Остальное

ГОСТ Р ИСО 5832-3 и ASTM F136-02a (ELI Grade 23) регламентируют процентное содержание металлических элементов в исходном порошке, результаты анализа не противоречат требованиям стандартов [104, 113]. Стандарт ASTM F136-02a также предусматривает наличие примесей газов: O в пределах 0–0.13 %, N – 0–0.05, H – 0–0.012%, по ГОСТ 19807: O в пределах 0–0.2 %, N – 0–0.05, H – 0–0.015% [104, 113].

Исходный порошок Ti6Al4V не содержит вредных примесей, обладает достаточно высокой степенью чистоты и может быть использован для изготовления изделий медицинского назначения [29, 73].

### 3.2 Выбор ячеистой структуры армирующего каркаса костной ткани и ее основных параметров

Анализ результатов исследований в области разработки и создания ячеистых материалов с заданными физико-механическими [11, 13, 24, 26, 74,114] свидетельствует о целесообразности использования для формирования периодической решетчатой структуры с наибольшей степенью соответствия структуре каркаса костной ткани ячейки Вигнера-Зейтца (рисунок 3.3), обладающей трансляционной симметрией решетки Бравэ. Ячейка Вигнера-Зейтца при ее симметричной трансляции по всем направлениям позволяет сформировать конструкцию без зазоров и перекрытия [6, 13, 26, 73, 74, 87, 88, 90].



а) ячейка Вигнера-Зейтца; б) ячеистая конструкция; в) ячеистый имплантат

Рисунок 3.3 – 3D модели элементарной ячейки и ВПЯМ на её основе

Ячейка Вигнера-Зейтца имеет минимальную площадь поверхности и относительный объем 0.68, поэтому максимально заполняет пространство в пределах данного объема [26, 73]. Минимальное отношение площади поверхности к объему, характерное для ВПЯМ, сформированных на основе ячейки Вигнера-Зейтца, допускает возможность их применения в качестве катализаторов [6]. Сравнение результатов расчета напряженного состояния ВПЯМ, полученных на основе элементарных ячеек различной геометрической формы, свидетельствуют о том, что при одинаковом температурно-силовом воздействии в ВПЯМ на основе ячеек Вигнера-Зейтца возникают наименьшие напряжения благодаря их

равномерному распределению [6, 87, 114, 115]. Также ВПЯМ на основе данной ячейки по сравнению с высокопористыми материалами на основе других элементарных ячеек обладает максимальной макропористостью.

Данная структура является подобием трабекулярной составляющей кости, повторяя ее архитектуру, и благодаря максимальной макропористости обладает по сравнению с ВПЯМ на основе других ячеек преимуществами при прорастании сквозь нее костной ткани и максимальным заполнением внутренних областей ячейки [13, 26, 73, 74, 101, 116].

Высота и ширина различных участков челюсти может в среднем варьироваться от 10 до 50 мм, при полной или блок-резекции челюсти длина имплантата превышает его высоту и ширину. Ввиду ограничений по размерам челюстных имплантатов возникают ограничения по максимальным размерам ячейки, для обеспечения жесткого каркаса конструкции выбирался размер ячеек не больше трети длины конструкции. Так как минимальный размер участка челюсти составляет в среднем 10 мм, рассматривались образцы с диаметрами ячейки  $D$  – 1, 2, 3 мм.

Минимальный размер ячеек  $D$  в сочетании с максимальным диаметром перемычек  $d$  должен обеспечивать макропористость, необходимую для извлечения неспеченного порошка и достаточную для прорастания костной ткани. Также выбор параметров ячейки обусловлен технологическими возможностями установки и гранулометрическим составом исходного порошка. Таким образом, при минимальном диаметре ячеек возможное технологическое сочетание размеров ячеек  $D$  и перемычек  $d$  составляет: 1 мм и 0,3 мм, что соответствует макропористости 40%, при дальнейшем увеличении диаметра перемычки происходит ее уменьшение, а затем возникает закрытая макропористость (Таблица 3.2).

Ячейка, рассеченная по слоям, представляет собой совокупность дорожек в горизонтальной плоскости, таким образом, в рамках единичного слоя ячейка с размером  $D$  и диаметром перемычек  $d$  состоит из дорожек с заданной шириной  $b$  (рисунок 3.4).

Таблица 3.2 – Теоретическая макропористость ячеистых образцов по 3D модели в зависимости от размеров ячейки и перемычек, %

диаметр перемычки $d$ , мм	0,1	0,15	0,20	0,25	0,3	0,35
диаметр ячейки $D$ , мм						
1	93	85	73	58	40	18
2	98	96	93	90	85	80
3	99	98	97	95	93	91

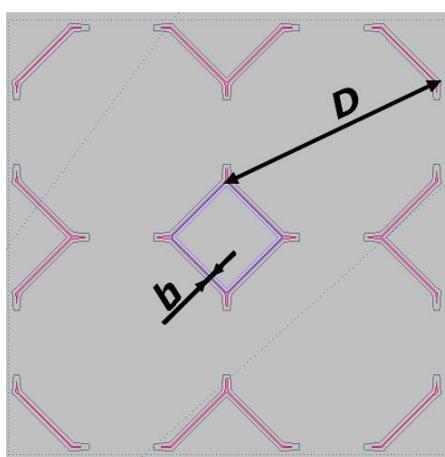


Рисунок 3.4 – Горизонтальное сечение ячейки

При максимальном размере ячейки и минимальном диаметре перемычек имплантат имеет максимально возможную макропористость для беспрепятственного прорастания костной ткани в ячейки имплантата, однако при этом материал пористой структуры должен иметь модуль упругости, соответствующий естественной челюстной кости человека, а также должен выдерживать нагрузку на соответствующие части челюсти. При этом минимальный размер перемычки ограничен возможностями способа получения ячеистого материала, а, следовательно, минимально возможным размером трека, полученного селективным лазерным плавлением с учетом возможных отклонений формы и размеров.

Разработка компьютерной 3D модели образцов с ячеистой структурой Вигнера-Зейтца производилось в системе PowerShape (Delcam) с дальнейшей обработкой в Magics (Materialize). Были созданы ячейки с заданными диаметрами

1, 2 и 3 мм с начальным или базовым диаметром перемычки 0,04 мм, сравнимым со средним размером частиц исходного порошка. Различные сочетания размеров ячеек и перемычек достигались за счет масштабирования (диаметр ячейки), отступа от контура модели и параметров лазерного излучения (диаметр перемычки).

Критерии для обеспечения идентичности упругих, прочностных и биомеханических свойств проектируемой конструкции из ВПЯМ и костной ткани:

- структурное соответствие внутреннему строению трабекулярной составляющей костной ткани, перемычки должны образовывать поры в пределах от 100 до 1000 мкм для успешного прорастания костной ткани в объемах материала.
- ВПЯМ должен иметь пористую структуру с сетью каналов, соединенных перемычками, сквозной диаметр пор должен быть не меньше 50 мкм, для свободного проникновения эритроцитов, размер которых составляют 7-10 мкм, для формирования сети кровеносных сосудов и снабжения костных клеток питательными веществами
- ВПЯМ должен характеризоваться большой площадью поверхности, обеспечиваемой либо порами, либо шероховатой поверхностью для успешного закрепления костных клеток на стенках перемычек, возникновения биологической фиксации и ускорения прорастания костной ткани
- ВПЯМ не должен экранировать окружающую ткань от характерных физиологических нагрузок и приводить к ее атрофии, а также при нагружении он не должен деформировать и разрушать костную ткань, при этом значение модуля Юнга имплантируемого материала должно соответствовать или быть ниже модуля Юнга костной ткани
- ВПЯМ для имплантата должен обладать необходимой и достаточной прочностью для долговременной эксплуатации – быть не ниже механической прочности костной ткани.

### **3.3 Критерии качества элементов структуры ячеистого каркаса, полученного методом селективного лазерного плавления**

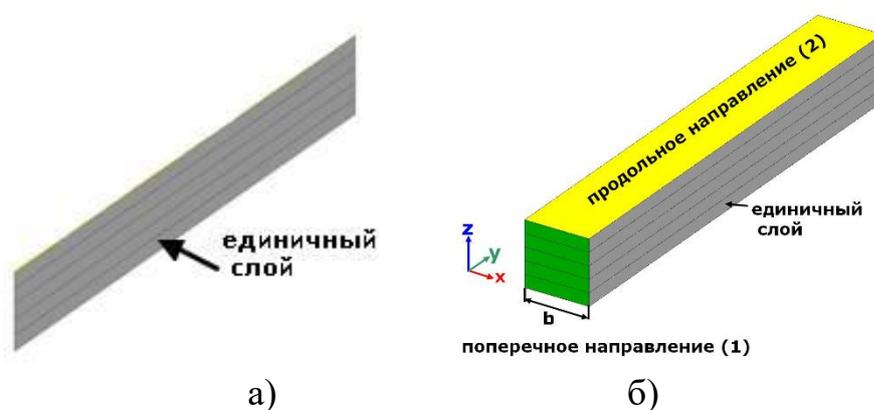
Свойства материалов, получаемых лазерным плавлением, зависят от каждой единичной дорожки, единичного слоя и их взаимной прочности сцепления [20, 35, 36]. В целом каркас ВПЯМ представляет собой совокупность пересекающихся перемычек, причем каждая из них представляет собой сплавленную дорожку, на качество которой существенно влияют режимы изготовления [73, 117]. Таким образом, важной задачей является определение технологических параметров процесса селективного лазерного плавления для обеспечения геометрических, структурных, упругих и прочностных характеристик ячеистой конструкции.

Разработка методики предварительной оценки диапазона технологических режимов процесса лазерного плавления, обеспечивающих требуемые размерные параметры и качество элементов решетчатого каркаса, базировалась на основе экспериментальных исследований процесса плавления титанового порошка под воздействием лазерного излучения и проведенного на основе этих исследований регрессионного анализа, устанавливающего влияние технологических факторов на характеристики сплавленных дорожек.

В ходе исследования использовалась следующая терминология: сплавленная дорожка состоит из объединенных по механизму жидкофазного спекания частиц, спеченная – преимущественно по механизму частичного плавления поверхности порошкового материала. Однако, в большинстве случаев наблюдается совокупный вариант с наличием одновременно расплавленной, преимущественно центральной (средней) зоны и спеченной периферийной зоны.

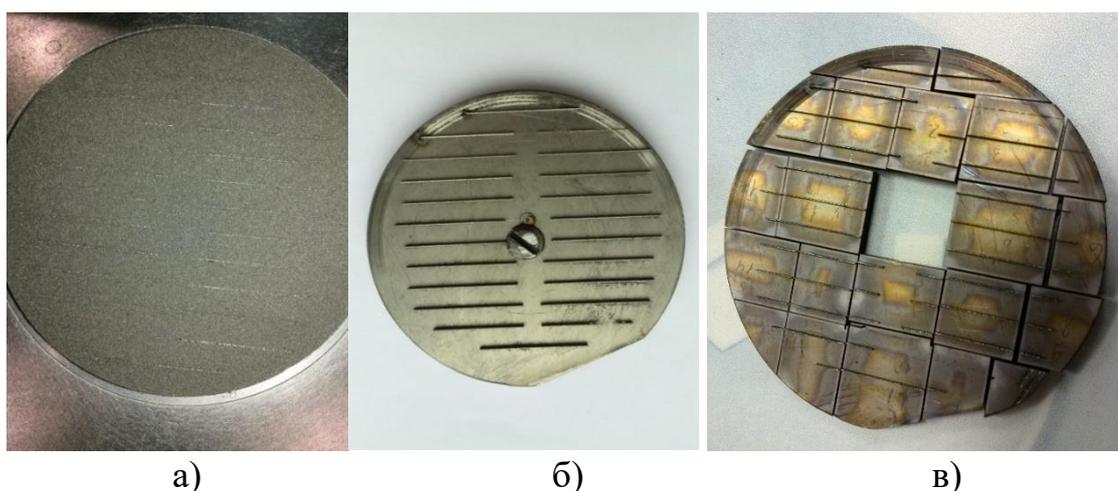
Для установления взаимосвязи между режимами плавления и характеристиками перемычек, а также для дальнейшего выбора рациональных режимов работы и размеров перемычек при моделировании был проведен ряд экспериментов по изготовлению на подложке партии дорожек. Под действием сил поверхностного натяжения бассейн расплава принимает округлую форму или форму сегментного цилиндра, таким образом 3D модели в виде листового тела

(плоскости) достаточно для формирования дорожки или перемычки (рисунок 3.5 а). В соответствии со схемой, приведенной на рисунке 3.5 б, осуществлялись последовательные проходы лазера в направлении оси  $y$ , по оси  $x$  ширина  $b$  регламентировалась заданными режимами лазерной обработки. Для обеспечения дальнейшей возможности проведения металлографических исследований по оси  $z$  треки состояли из 30 слоев с толщиной 30 мкм каждый. Дорожки вместе с подложкой нарезались на отдельные блоки на электроэрозионном станке Ecosut и запекались в бакелит на заливочном прессе Leco PR4X для дальнейшего получения шлифов (рисунок 3.6).



а) 3D модель с рассечением на слои; б) схема сплавления дорожки шириной  $h$

Рисунок 3.5 – Схема выращивания дорожки



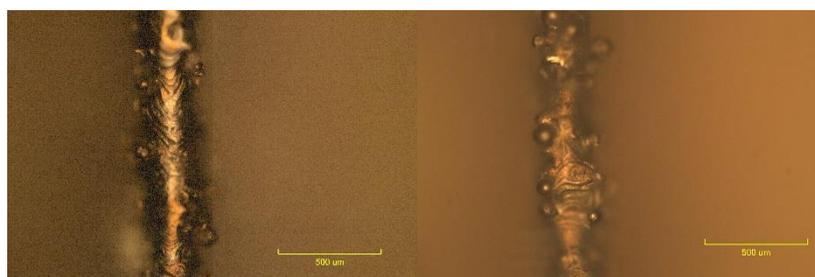
а) Формирование дорожек в порошковом слое; б) очистка платформы с партией дорожек от порошка; в) нарезка на блоки на электроэрозионном станке

Рисунок 3.6 – Этапы получения партии дорожек

Режимы выбирались исходя из технологических возможностей оборудования и минимизации времени сплавления. Диаметр пятна лазера установки для селективного лазерного плавления Realizer SLM-50 составляет 20 мкм. Входными параметрами являются мощность лазерного излучения  $P$ , время выдержки (засветки одной точки)  $t$  и расстояние между точками  $L$ . Мощность варьировалась в диапазоне от 25 до 100 Вт, минимальное время засветки  $t$  и расстояние  $L$  для установки составляют 20 мкс и 5 мкм, изменение параметров происходит с фиксированным шагом 20 мкс и 5 мкм соответственно. С увеличением времени засветки возрастает основное технологическое время сплавления партии изделий, так изменение параметра времени с 60 до 80 мкс увеличивает время примерно в 1,3 раза, что значительно при одновременном производстве большой партии сложнопрофильных изделий. Также возрастание времени воздействия лазера приводит к увеличению геометрических размеров элементов, что оказывает влияние на конструктивные и функциональные особенности изделия. Например, в процессе изготовления ячеистых конструкций увеличение геометрических размеров при приближении ширины перемычки к ее длине приводит к полному или частичному закрытию ячеек и отсутствию возможности извлечения порошка из внутренних каналов. Также при времени выдержки более 60 мкс одновременное увеличение мощности до максимальных значений и уменьшение расстояния между точками приводит к перегреву ванны расплава и возникновению кипящего слоя, при этом формирования цельных объемов материала не происходит. В свою очередь увеличение расстояния между точками засветки  $L$  уменьшает основное технологическое время, однако может привести к ухудшению качества получаемых изделий: повышению микропористости, колебаниям геометрических размеров, к несовершенствам структуры и истончению перемычек, а также потере жесткости конструкции в целом.

В зависимости от характеристик оборудования время засветки одной точки  $t$  и расстояние между точками  $L$  могут формировать единый параметр – скорость сканирования  $V$ . При этом следует отметить, что одинаковая скорость

сканирования может быть обеспечена разными сочетаниями параметров  $t$  и  $L$ , например, скорость сканирования 0,25 м/с можно получить при  $L=5$  мкм,  $t=20$  мкс, а также при  $L=15$  мкм,  $t=60$  мкс, в то же время результаты экспериментальных исследований показывают, что при разных сочетаниях параметров  $t$  и  $L$  и одинаковой скорости сканирования имеются различия в геометрических размерах, отклонениях от номинального значения по 3D модели, равномерности проплавления (рисунок 3.7).



а)  $L=5$  мкм,  $t=20$  мкс б)  $L=15$  мкм,  $t=60$  мкс;

Рисунок 3.7 – Дорожки, полученные при мощности  $P=38$  Вт и скорости сканирования  $V=0,25$  м/с

В рамках ячеистого материала факторы времени  $t$  и расстояния между точками  $L$  рассматривались в отдельности, так как в ходе предварительных поисковых экспериментов было выявлено, что влияние каждого из них на отдельно сплавленную дорожку и перемычку значительно. Для получения высококачественных изделий и равномерного проплавления треков при назначении технологических режимов следует учитывать соотношение расстояния между точками засветки, диаметра пятна лазера и размера частиц порошкового материала. Для диаметра пятна 20 мкм влияние данного фактора особенно заметно в диапазоне мощностей от 25 до 50 Вт при значениях времени выдержки 20 мкс и расстоянии между точками засветки 25 [73, 118]. При увеличении расстояния между точками дорожки постепенно перестают сохранять однородную структуру, а затем рассыпаются, таким образом, назначение в качестве технологического параметра расстояния между точками более 25 мкм



При мощности 25 Вт расстояния между точками 25 мкм при минимальном времени выдержки 20 мкс оказалось недостаточно для формирования стабильных треков, дорожки рассыпаются, средняя высота сформированных слоев оставляет 125 мкм, что примерно в 7,2 раза меньше, чем высота треков, полученных на остальных режимах. Уменьшение расстояния до 15 мкм (рисунок 3.8 а) позволяет сохранить единую поверхностную структуру дорожки, однако она характеризуется значительными отклонениями от прямолинейной траектории, разброс значений ширины составляет от 45 до 80 мкм. При времени выдержки 40 и 60 мкс треки характеризуются большей устойчивостью, однако также наблюдается изменение ширины дорожек в диапазоне 60–150 мкм (рисунок 3.8 б, в) [73, 118].

Таким образом, при получении ячеистых материалов селективным лазерным плавлением порошка Ti6Al4V со средним размером частиц 39,48 мкм могут быть использованы следующие технологические режимы, обеспечивающие получение стабильных треков: время выдержки  $t$  в диапазоне 20 – 60 мкс, расстояние между точками  $L$  – от 5 до 25 мкм, мощность  $P$  в диапазоне 38 – 100 Вт [73]. Таким образом, рассматриваемый диапазон скоростей сканирования составил диапазон от 0,083 до 1,25 м/с, значения интегрального параметра объемной плотности энергии  $EV = 1 - 40$  Дж/мм<sup>3</sup>, рассчитываемого по формуле (1.2).

В ходе исследования оценивались качественные характеристики трека, в частности, поверхностная структура: наличие несплавленных частиц в центральной зоне и на периферии, равномерность проплавления, а также количественные – ширина дорожки, глубина зоны проплавления (ГЗП), микротвердость, микропористость.

Для обеспечения требуемой макропористости ячеистых структур на размеры перемычек накладываются определенные ограничения. Для диаметра пятна лазера 20 мкм минимальная толщина стенки изделия может составлять 60 – 100 мкм [21, 43, 99]. Перемычки, как основа конструкции ячеистого материала, при минимальных геометрических размерах должны обеспечивать ее жесткость

без резких перепадов и искажений размеров по длине. В первой главе на рисунке 1.4. показано, что при приближении ширины перемычки ячеистой конструкции к ее длине перемычки «смыкаются», а затем возникает закрытая пористая структура. Например, при ширине перемычки 400 мкм и диаметре ячейки 1 мм пористость образца составляет всего 18% (Рисунок 3.9) [73].

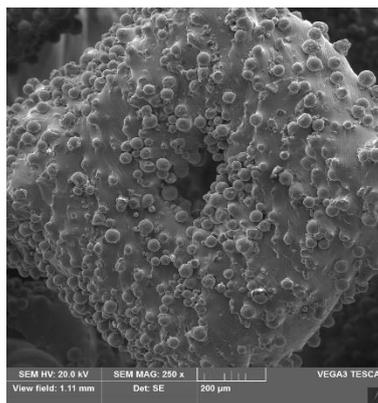
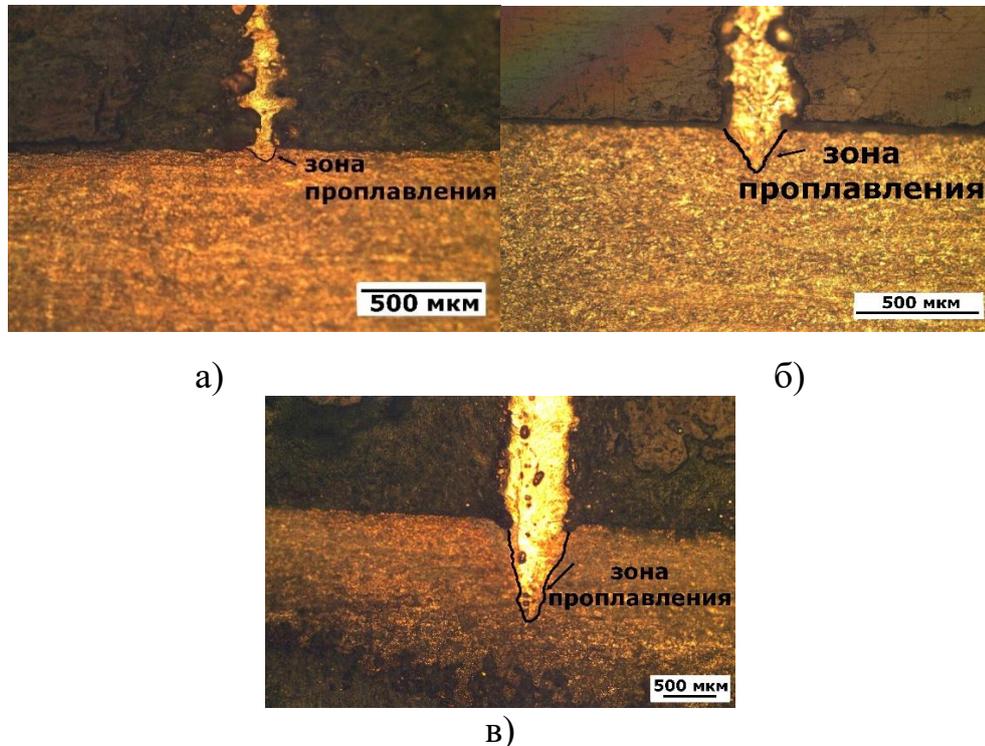


Рисунок 3.9 – Фрагмент ячейки диаметром 1 мм  
с шириной перемычки 400 мкм

Количество энергии, попадающей на порошковый материал, должно быть достаточным для плавления частиц обрабатываемого слоя и сплавления с предыдущим. Таким образом, глубина проплавления показывает эффективность процесса лазерного плавления и характеризует прочность сцепления между слоями. В свою очередь микротвердость свидетельствует о равномерности распределения прочностных свойств и однородности сплавленного трека.

Толщина единичного слоя, заданная при плавлении, составляла 30 мкм, таким образом, для стабильного послойного формирования изделий глубина проплавления должна превышать данное значение. При времени выдержки  $t = 60$  мкс и расстоянии между точками  $L = 15$  мкм для минимальной мощности 25 Вт глубина проплавления составляет в среднем 50 мкм, для мощности 38 Вт – 90 мкм, для максимальной мощности 100 Вт – 450 мкм (Рисунок 3.10). В данном случае микротвердость при мощности 25 Вт составляет  $154 \text{ HV}_{0,1}$ , при мощности 38 Вт –  $174 \text{ HV}_{0,1}$ , при 100 Вт –  $412 \text{ HV}_{0,1}$ . Для мощности 25 Вт при уменьшении

времени выдержки до 20 мкс и увеличении расстояния между точками до 25 мкм энергии лазерного излучения оказывается недостаточно для сохранения единой структуры, не обеспечивается достаточная прочность сцепления между слоями.



а)  $P=25$  Вт ( $\times 200$ ); б)  $P=38$  Вт ( $\times 200$ ); в)  $P=100$  Вт ( $\times 100$ );

Рисунок 3.10 – Глубина проплавления при времени выдержки  $t = 60$  мкс и расстоянии между точками  $L=15$  мкм

Также в качестве критерия для отбора режимов должны учитываться микропористости дорожек в продольном и поперечном направлениях. При подготовке шлифов и определении микропористости металлографическим методом могут быть получены различные диапазоны значений в продольном и поперечном направлении в связи с особенностями подготовки шлифов и попаданием различных сечений сплавленных дорожек в зону исследования. Таким образом, определение микропористости в 2 направлениях – продольном и поперечном увеличивает точность результатов, полученных с помощью металлографических исследований.

Важным параметром качества при выборе режимов селективного лазерного плавления является отклонение геометрических размеров сплавленных дорожек  $\Delta$  от 3D модели. Так для мощности лазерного излучения 25 Вт, времени выдержки 60 мкс, расстоянии между точками 5 мкм при получении дорожки с шириной 200 мкм по 3D модели ширина центральной части сплавленной дорожки составила в среднем 180 мкм (Рисунок 3.11) [119].

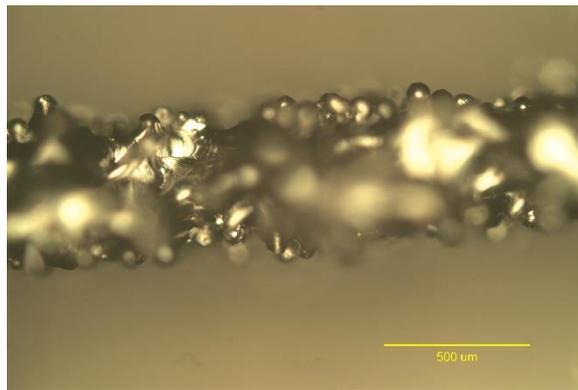


Рисунок 3.11 – Сплавленная дорожка с шириной 200 мкм по 3D модели

Отмечается рыхлая поверхностная структура дорожки с большим количеством непроплавленных частиц на поверхности и перепадами по высоте, центральная зона состоит из последовательно проплавленных пересекающихся окружностей диаметром 80 мкм, однако большую часть составляют хаотично приплавленные к поверхности частицы. С увеличением мощности до 38 Вт размеры стабилизируются, отмечается полное проплавления центральной части дорожек, наблюдаются минимальные отклонения от геометрических размеров, однако при дальнейшем увеличении мощности наблюдается увеличение ширины дорожки и увеличение отклонений. Таким образом, сплавление дорожек должно осуществляться при режимах, обеспечивающих минимальные отклонения геометрических размеров сплавленных дорожек  $\Delta$  от 3D модели [119].

### 3.4 Влияние режимов плавления на качество элементов структуры каркаса ВПЯМ

Для дорожек был проведен трехфакторный эксперимент, в качестве целевых функций были выбраны ширина дорожки  $b$ , глубина проплавления  $z$ , микротвердость  $HV$ , микропористость в поперечном  $П1$  и продольном  $П2$  направлениях. Также дополнительно была изготовлена партия дорожек в соответствии с диапазоном возможных для диаметров ячейки 1–3 мм значений ширины перемычки ВПЯМ. Ширина по 3D модели составила 150 – 350 мкм, было определено отклонение от геометрических размеров сплавленных дорожек  $\Delta$  от 3D модели. В качестве факторов рассматривались мощность  $P$ , время засветки  $t$  и расстояние между точками засветки  $L$ . Факторы кодировались на двух уровнях, число повторов каждого опыта  $k=3$  (сплавление дорожек при одном и том же сочетании параметров  $P$ ,  $L$  и  $t$  осуществлялось по 3 раза). Принятые в эксперименте кодовые обозначения факторов, а также уровни, соответствующие кодируемому значению, а также интервалы их варьирования приведены в таблице 3.3, матрица планирования – в таблице 3.4.

Таблица 3.3 – Кодирование коэффициентов регрессии

Факторы	Кодовое обозначение	Уровни факторов			Шаг
		Нижний (-1)	Основной (0)	Верхний (1)	
Мощность лазерного излучения $P$ , Вт	$X_1$	38	69	100	31
Время выдержки $t$ , мкс	$X_2$	20	40	60	20
Расстояние между точками $L$ , мкм	$X_3$	5	15	25	10

Таблица 3.4 – Матрица планирования

№ опыта	$X_0$	$X_1$	$X_2$	$X_3$	$X_1X_2$	$X_1X_3$	$X_2X_3$	$X_1X_2X_3$	$y_{j1}$	$y_{j2}$	$y_{j3}$	$\bar{y}_j$
1	+	-	-	-	+	+	+	-	$y_{11}$	$y_{12}$	$y_{13}$	$\bar{y}_1$
2	+	+	-	-	-	-	+	+	$y_{21}$	$y_{22}$	$y_{23}$	$\bar{y}_2$
3	+	-	+	-	-	+	-	+	$y_{31}$	$y_{32}$	$y_{33}$	$\bar{y}_3$

Продолжение таблицы 3.4

4	+	+	+	-	+	-	-	-	$y_{41}$	$y_{42}$	$y_{43}$	$\bar{y}_4$
5	+	-	-	+	+	-	-	+	$y_{51}$	$y_{52}$	$y_{53}$	$\bar{y}_5$
6	+	+	-	+	-	+	-	-	$y_{61}$	$y_{62}$	$y_{63}$	$\bar{y}_6$
7	+	-	+	+	-	-	+	-	$y_{71}$	$y_{72}$	$y_{73}$	$\bar{y}_7$
8	+	+	+	+	+	+	+	+	$y_{81}$	$y_{82}$	$y_{83}$	$\bar{y}_8$

### Влияние режимов лазерного плавления на ширину дорожки, глубину проплавления и микротвердость

По результатам параллельных опытов рассчитывали среднее выборочное  $\bar{y}_j$ , находили выборочную дисперсию каждого опыта  $S_j^2$  и среднее квадратичное отклонение  $S_j$ . Данные статистические характеристики полученных значений ширины дорожки, глубины проплавления и микротвердости приведены в таблице 3.5.

Таблица 3.5- Данные статической обработки результатов экспериментов

№ опыта	для ширины дорожки $b$			для глубины проплавления $z$			для микротвердости $HV$		
	$\bar{y}_j$	$S_j^2$	$S_j$	$\bar{y}_j$	$S_j^2$	$S_j$	$\bar{y}_j$	$S_j^2$	$S_j$
1	196,14	1977,07	44,46	175,85	471,36	21,71	361,55	14,62	3,82
2	318,64	742,76	27,25	408,61	114,40	10,70	393,63	4,01	2,00
3	346,21	2400,12	48,99	204,88	452,60	21,27	396,10	2,56	1,60
4	611,44	2078,98	45,60	804,78	1172,98	34,25	406,19	4,24	2,06
5	93,13	534,67	23,12	106,46	101,94	10,10	331,19	12,97	3,60
6	137,52	1685,46	41,05	224,18	719,06	26,82	341,56	8,33	2,89
7	141,76	897,90	29,96	175,09	36,63	6,05	344,04	9,13	3,02
8	186,08	2264,29	47,58	372,75	607,63	24,65	378,78	19,39	4,40

Для проверки однородности дисперсии и воспроизводимости опытов используем критерий Кохрена (Gr-критерий): расчетные значения коэффициентов составили  $G_p=0,19$ ,  $G_p=0,32$  и  $G_p=0,25$  для ширины дорожки, глубины проплавления и микротвердости соответственно. Табличное значение  $G_{табл}=0,52$  [111], так как  $G_p \leq G_{табл}$ , то дисперсии однородны, опыты воспроизводимы, а полученные данные подчиняются нормальному закону

распределения с доверительной вероятностью 95%. Так как условие выполнялось, то определяли дисперсию воспроизводимости (средняя дисперсия)  $S_y^2$  и коэффициенты уравнения регрессии  $b_0, b_1, b_2, b_3, b_{12}, b_{13}, b_{23}, b_{123}$ . Дисперсии воспроизводимости равны 1572,66; 459,57; 370,38 для ширины дорожки, глубины проплавления и микротвердости соответственно, значения коэффициентов регрессии приведены в таблице 3.6.

Таблица 3.6 – Значения коэффициентов уравнения регрессии

	для ширины дорожки $b$	для глубины проплавления $z$	для микротвердости $HV$
$b_0$	253,87	309,07	369,13
$b_1$	59,56	143,50	10,91
$b_2$	67,51	80,30	12,15
$b_3$	-114,24	-89,45	-20,24
$b_{12}$	17,83	55,88	0,30
$b_{13}$	-37,38	-64,66	0,37
$b_{23}$	-43,21	-26,00	0,37
$b_{123}$	-17,85	-35,90	5,79

Проверка статистической значимости коэффициентов проводилась с помощью  $t$ -критерия Стьюдента при доверительной вероятности 95%, определяли доверительные интервалы  $\Delta b$ , если коэффициент получается больше доверительного интервала, то делается вывод о его значимости.

Для числа степеней свободы  $f=16$  значение  $t$ -критерия Стьюдента равно 2,12 [111]. Доверительные интервалы  $\Delta b_i$  составили  $\pm 17,16$ ;  $\pm 9,28$  и  $\pm 1,34$  соответственно для ширины дорожки, глубины проплавления и микротвердости. Проверка статистической значимости показала, что все коэффициенты уравнения для ширины дорожки и глубины проплавления, а также коэффициенты  $b_0, b_1, b_2, b_3$  уравнения для микротвердости статистически значимы при доверительной вероятности 95%.

Уравнения зависимости ширины дорожки, глубины проплавления и микротвердости от параметров процесса с кодированными факторами имеют вид:

$$\widehat{y}_1 = 253,87 + 59,56X_1 + 67,51X_2 - 114,24X_3 + 17,83X_1X_2 - 37,38X_1X_3 - 43,21X_2X_3 - 17,85X_1X_2X_3 \quad (3.1)$$

$$\widehat{y}_2 = 309,07 + 143,50X_1 + 80,30X_2 - 89,45X_3 + 55,88X_1X_2 - 64,66X_1X_3 - 26,00X_2X_3 - 35,90X_1X_2X_3 \quad (3.2)$$

$$\widehat{y}_3 = 369,13 + 10,91X_1 + 12,15X_2 - 20,24X_3 + 5,79X_1X_2X_3 \quad (3.3)$$

Для проверки адекватности модели в соответствии с  $F$ -критерием Фишера необходимо, чтобы расчетный критерий Фишера  $F_p$  был меньше  $F_{\text{табл}}$ . Значения  $F_p=0,28$ ;  $F_p=0,57$ ;  $F_p=0,41$  для ширины дорожки, глубины проплавления и микротвердости соответственно меньше табличного  $F_{\text{табл}}=3,0$ . Так как условие выполнено, то уравнения адекватны с доверительной вероятностью 95% [111].

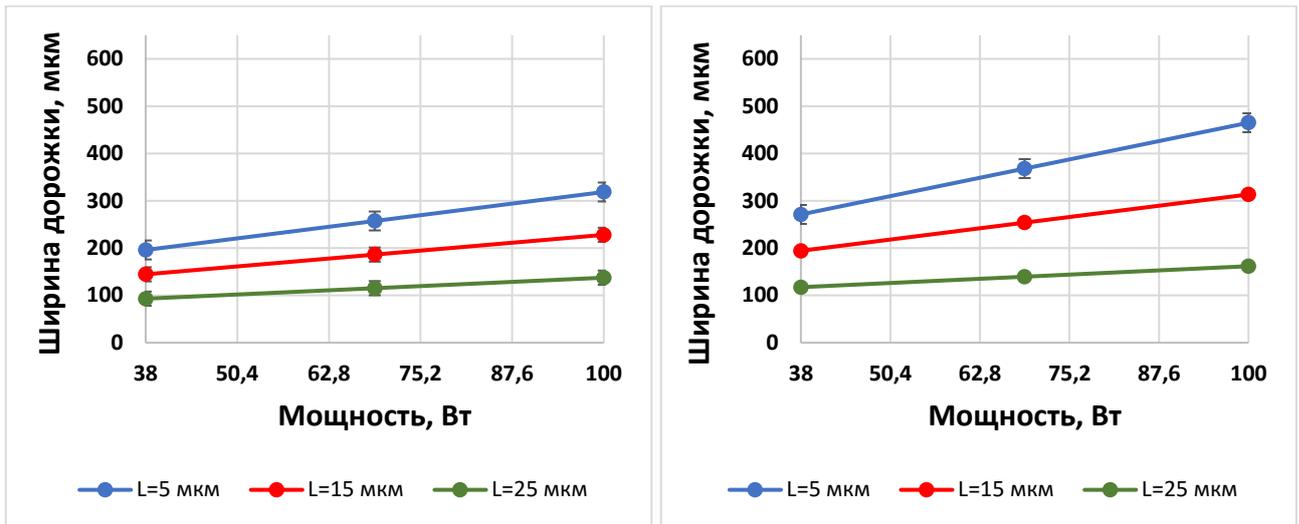
При переходе к натуральным факторам уравнения зависимости приняли вид:

$$h = 101,77 + 0,85P + 1,65t - 2,41L + 0,07Pt - 0,005PL - 0,02tL - 0,003PtL \quad (3.4)$$

$$z = 157,84 + 0,68P - 6,25t - 5,33L + 0,18Pt - 0,02PL - 0,27tL - 0,006PtL \quad (3.5)$$

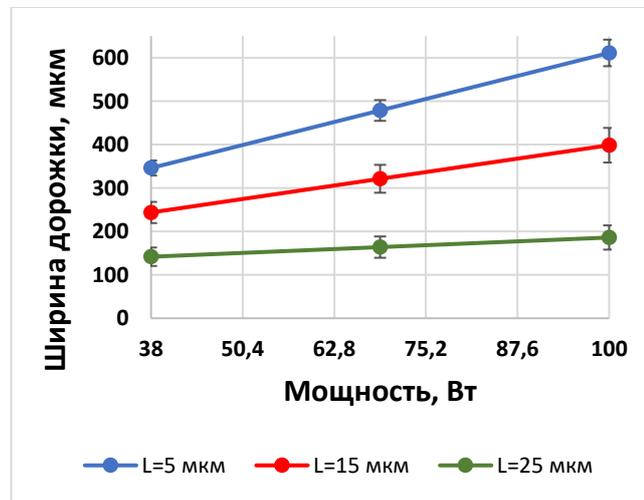
$$HV = 312,2 + 0,91P + 1,58t + 0,56L - 0,014Pt - 0,04PL - 0,07tL + 0,0009PtL. \quad (3.6)$$

Полученные уравнения отражают зависимость ширины дорожки  $b$ , глубины проплавления  $z$  и микротвердости  $HV$  от таких параметров процесса селективного лазерного плавления, как мощность лазерного излучения  $P$ , время засветки  $t$  и расстояния между точками засветки  $L$ . На рисунке 3.12 представлены графики зависимости ширины дорожки от режимов лазерного плавления.



а)

б)



в)

а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

Рисунок 3.12– Зависимость ширины дорожки от мощности  $P$ , расстояния между точками  $L$  и времени засветки одной точки  $t$

По формуле 1.2 рассчитан интегральный показатель – объемная плотность энергии  $EV$ , характеризующая количественный вклад энергии лазерного излучения при плавлении порошкового материала. По результатам факторного эксперимента для соответствующих значений  $EV$  по формулам 3.4– 3.6 получены значения ширины сплавленных дорожек, глубины проплавления и микротвердости. Значения объемной плотности энергии рассчитаны для диапазонов значений времени выдержки  $t=20–60$  мкс и расстояния между

точками  $L=5-25$  мкм при  $P=38, 69$  и  $100$  Вт. Зависимость ширины сплавленных дорожек от объемной плотности энергии показана на рисунке 3.13.

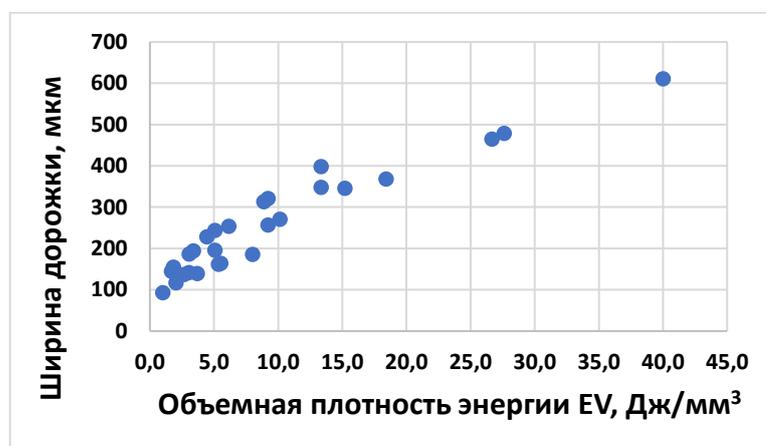


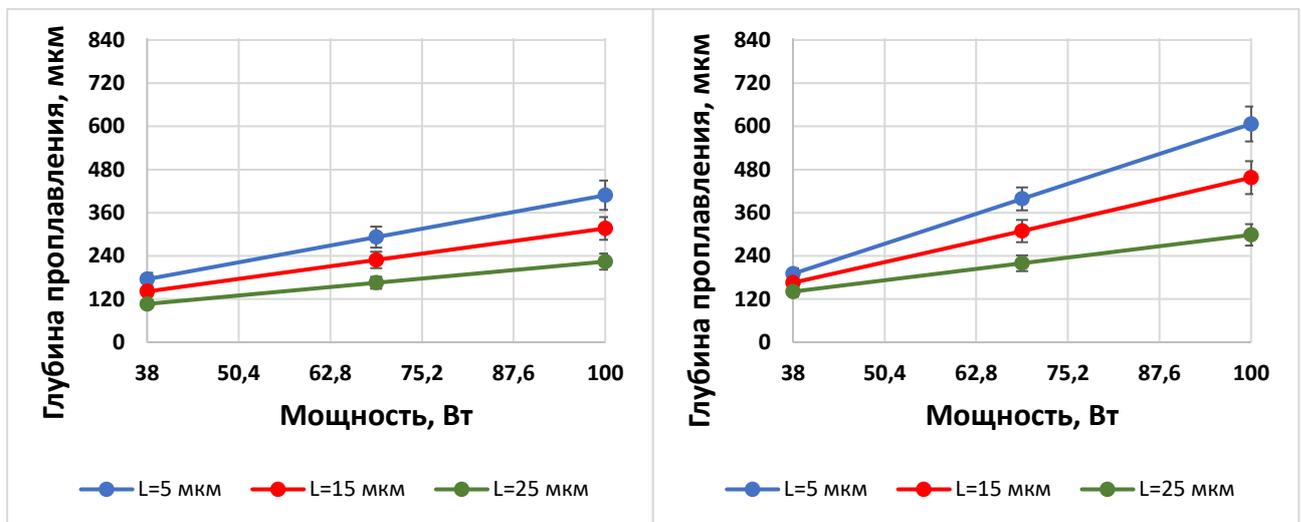
Рисунок 3.13 – Зависимость ширины дорожки от объемной плотности энергии

Между объемной плотностью энергии, мощностью, временем выдержки и шириной сплавленных треков наблюдается прямо пропорциональная зависимость. Исходя из полученного уравнения 3.1 зависимости ширины от параметров лазерного воздействия можно заключить, что изменение расстояния между точками оказывает большее влияние на конечную ширину трека по сравнению со временем выдержки и мощностью.

Минимальная ширина дорожки порядка 90 мкм наблюдаются при расстоянии между точками  $L=25$  мкм и сочетании наименьших значений параметров мощности лазерного излучения  $P=38$  Вт и времени засветки одной точки  $t=20$  мкс ( $EV = 1$  Дж/мм<sup>3</sup>). При увеличении мощности излучения, времени выдержки, а также при сокращении расстояния между точками отмечается возрастание ширины дорожки. При максимальном расстоянии между точками  $L=25$  мкм повышение мощности приводит к увеличению ширины дорожки в 1,3-1,5 раза в зависимости от времени выдержки (при минимальном и максимальном значениях времени выдержки соответственно), тогда как при 15 и 5 мкм – в 1,6-1,8 раза. В свою очередь одновременное увеличение мощности и времени выдержки от минимального к максимальному при  $L=25$  мкм вызывает

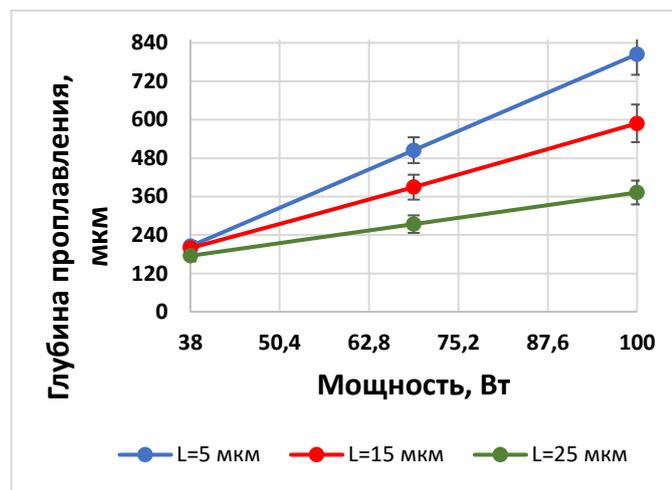
возрастание ширины дорожки в 2 раза, при 15 и 5 мкм в 3 раза. Таким образом, максимальная ширина дорожки достигается при максимальной объемной плотности энергии  $EV=40$  Дж/мм<sup>3</sup>, которая обеспечивается максимальными значениями мощности  $P=100$  Вт и времени выдержки  $t=60$  мкс, минимальным расстоянием между точками  $L=25$  мкм и составляет порядка 612 мкм.

Влияние различных режимов лазерного плавления и объемной плотности энергии на глубину проплавления приведено на рисунках 3.14 и 3.15.



а)

б)



в)

а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

Рисунок 3.14– Зависимость глубины проплавления  $z$  от мощности  $P$ , расстояния между точками  $L$  и времени засветки одной точки

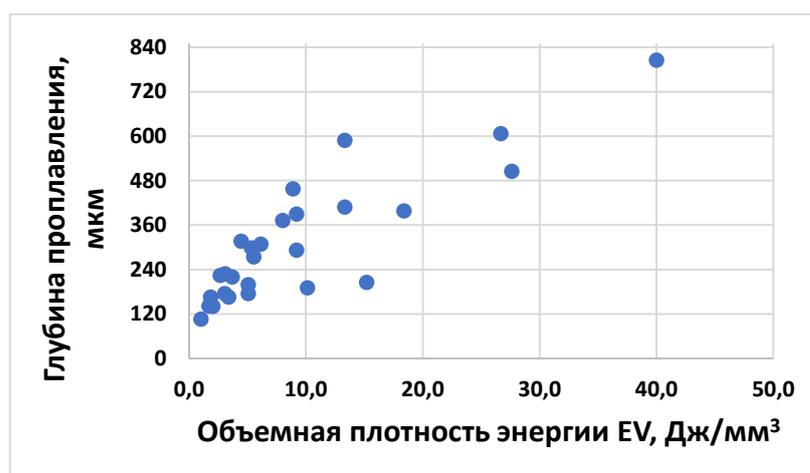
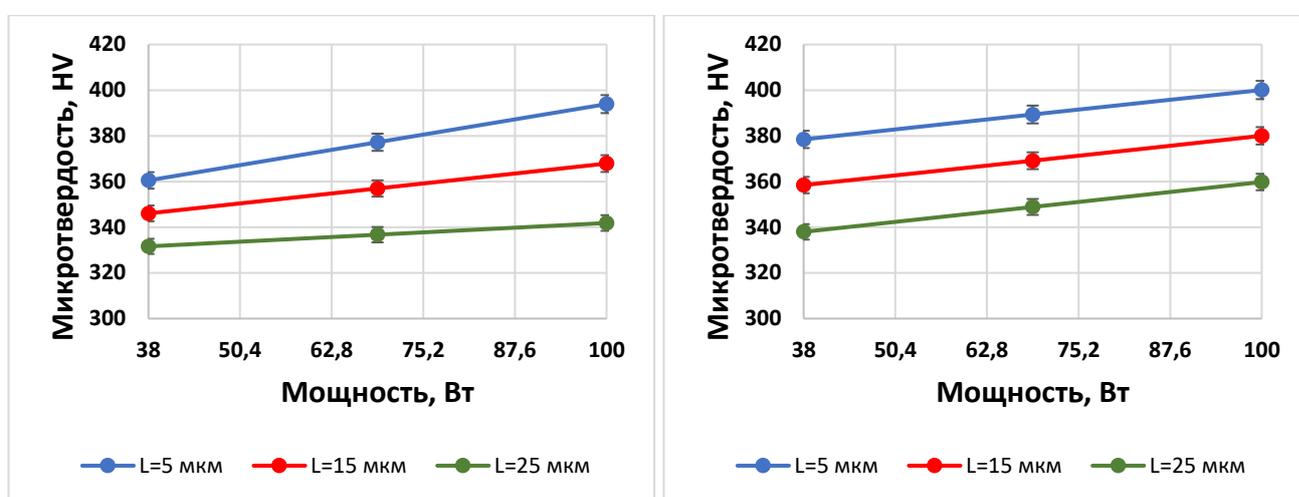


Рисунок 3.15 – Зависимость глубины проплавления от объемной плотности энергии

При минимальных мощности  $P=38$  Вт и времени засветки  $t=20$  мкс, максимальном расстоянии между точками засветки  $L=25$  мкм ( $EV = 1$  Дж/мм<sup>3</sup>) наблюдаются наименьшие значения глубины проплавления порядка 106 мкм, при увеличении мощности до 100 Вт ( $EV = 2,7$  Дж/мм<sup>3</sup>) глубина проплавления увеличивается в 2 раза. Для мощности и времени засветки наблюдается прямо пропорциональная зависимость с глубиной проплавления, для расстояния между точками засветки – обратная, наибольшее влияние на выходной параметр оказывает мощность лазерного излучения. При небольших мощностях (38–44 Вт) влияние параметров расстояния между точками и времени выдержки на глубину зоны проплавления выражено в меньшей степени, так при сочетании параметров  $t=20$  мкс,  $L=5$  мкм и  $t=60$  мкс,  $L=25$  мкм глубина проплавления находится практически на одном уровне, однако с увеличением мощности степень влияния увеличивается. Для мощностей в диапазоне 69 – 100 Вт изменение времени выдержки с 20 до 60 мкс или расстояния между точками с 25 до 5 мкм приводит к увеличению глубины проплавления в 1,7– 2 раза. Наибольшее термическое воздействие на низлежащие слои и максимальная глубина проплавления порядка 800 мкм выявлены при максимальной мощности 100 Вт, времени выдержки 60

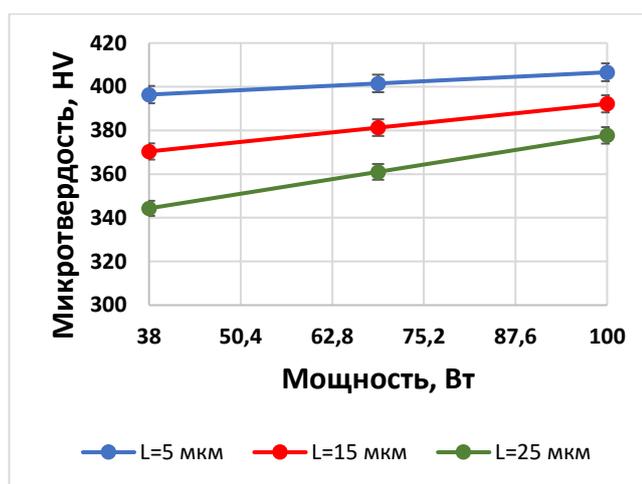
мкс и минимальном расстоянии между точками 5 мкм при объемной плотности энергии  $EV=40$  Дж/мм<sup>3</sup>.

Для дорожек, полученных на одинаковых режимах, наблюдается равномерное распределение значений микротвердости по высоте исследуемых образцов, существенных перепадов микротвердости по ширине не обнаружено. Распределение микротвердости в образцах, полученных на различных режимах лазерного плавления в зависимости от параметров процесса и объемной плотности энергии приведены на рисунках 3.16 и 3.17.



а)

б)



в)

а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

Рисунок 3.16– Зависимость микротвердости  $HV$  от мощности  $P$ , расстояния между точками  $L$  и времени засветки одной точки  $t$

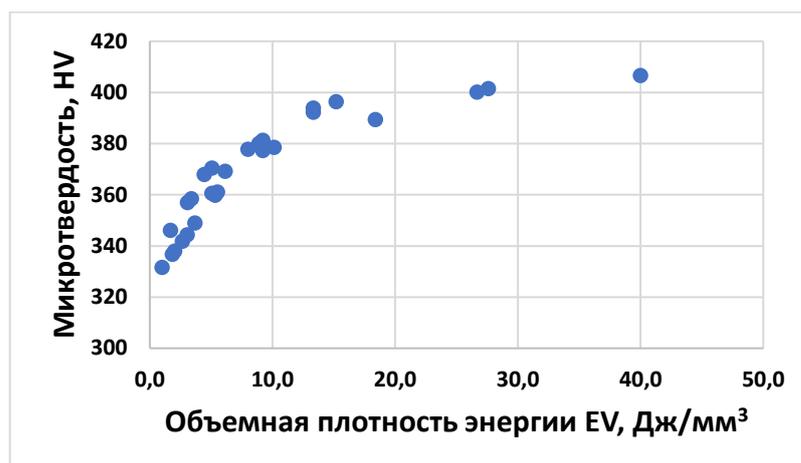


Рисунок 3.17 – Зависимость микротвердости от объемной плотности энергии

Минимальная микротвердость  $331 \text{ HV}_{0,1}$  наблюдается при минимальной глубине проплавления  $106 \text{ мкм}$  и сочетании следующих параметров лазерного излучения: минимальных значениях мощности  $P=38 \text{ Вт}$  и времени засветки  $t=20 \text{ мкс}$ , максимальном расстоянии между точками засветки  $L=25 \text{ мкм}$  при наименьшем значении энергии лазерного излучения  $EV=1 \text{ Дж/мм}^3$ . При уменьшении расстояния между точками засветки до  $L=5 \text{ мкм}$  и увеличении времени обработки до  $t=60 \text{ мкс}$  выявлено возрастание микротвердости до  $396 \text{ HV}_{0,1}$  ( $EV = 15,2 \text{ Дж/мм}^3$ ). Для дорожек, полученных при мощности  $38 \text{ Вт}$  при изменении времени выдержки от  $20$  до  $60 \text{ мкс}$ , наблюдается возрастание степени влияния параметра расстояния между точками и расширение диапазона микротвердости, при увеличении мощности данный диапазон сужается, наблюдается меньший разброс значений.

Из полученного уравнения зависимости микротвердости от технологических параметров определено, что мощность лазерного излучения оказывает наибольшее и прямо пропорциональное влияние на значения микротвердости, так при дальнейшем увеличении мощности до  $100 \text{ Вт}$  и первоначальных параметрах  $t=20 \text{ мкс}$  и  $L=25 \text{ мкм}$  наблюдается увеличение микротвердости до  $341 \text{ HV}_{0,1}$ . Максимальная микротвердость  $406 \text{ HV}_{0,1}$  выявлена при максимальной глубине проплавления  $804 \text{ мкм}$ , максимальных значениях

мощности  $P=100$  Вт и времени засветки  $t=60$  мкс, минимальном расстоянии  $L=5$  мкм ( $EV=40$  Дж/мм<sup>3</sup>).

### Влияние режимов лазерного плавления на микропористость и отклонения геометрических размеров от 3D модели

По результатам параллельных опытов определялась микропористость дорожки в поперечном  $\Pi_1$  и продольном  $\Pi_2$  направлениях, а также отклонение геометрических размеров от 3D модели  $\Delta$ . Статистические характеристики полученных значений приведены в таблице 3.7.

Таблица 3.7 - Данные статической обработки результатов экспериментов

№ опыта	для микропористости в поперечном направлении $\Pi_1$			для микропористости в продольном направлении $\Pi_2$			для значений отклонения от размеров $\Delta$		
	$\bar{y}_j$	$S_j^2$	$S_j$	$\bar{y}_j$	$S_j^2$	$S_j$	$\bar{y}_j$	$S_j^2$	$S_j$
1	0,0400	0,0001	0,0100	0,1267	0,0041	0,0643	0,0127	0,00004	0,0064
2	0,1100	0,0013	0,0361	0,2667	0,0158	0,1258	0,0267	0,0002	0,0126
3	0,6333	0,0233	0,1528	0,2000	0,0100	0,1000	0,0200	0,0001	0,0100
4	0,8000	0,0100	0,1000	4,0000	0,2500	0,5000	0,3067	0,0004	0,0208
5	0,0567	0,0002	0,0153	1,6667	0,5033	0,7095	0,0567	0,0012	0,0351
6	0,3000	0,0100	0,1000	3,0000	1,0000	1,0000	0,0500	0,0001	0,0100
7	0,0200	0,0001	0,0100	1,3667	0,3633	0,6028	0,0400	0,0004	0,0200
8	0,2000	0,0100	0,1000	0,4000	0,0400	0,2000	0,0400	0,0004	0,0200

Для проверки однородности дисперсии и воспроизводимости опытов используем критерий Кохрена (Gr-критерий): расчетные значения коэффициентов составили  $G_p=0,42$  и  $G_p=0,45$  для микропористости в поперечном и продольном направлениях соответственно,  $G_p=0,43$  для значений отклонения от геометрических размеров. Табличное значение  $G_{\text{табл}}=0,52$  [111], так как  $G_p \leq G_{\text{табл}}$ , то дисперсии однородны, опыты воспроизводимы, а полученные данные подчиняются нормальному закону распределения с доверительной вероятностью 95%. Дисперсии воспроизводимости равны 0,007 и 0,27 для микропористости в поперечном и продольном направлениях соответственно, и 0,0004 для

отклонения от геометрических размеров, значения коэффициентов регрессии приведены в таблице 3.8.

Таблица 3.8 – Значения коэффициентов и доверительные интервалы

	для микропористости в поперечном направлении $\Pi_1$	для микропористости в продольном направлении $\Pi_2$	для значений отклонения от размеров $\Delta$
$b_0$	0,27	1,38	0,07
$b_1$	0,08	0,54	0,04
$b_2$	0,14	0,11	0,03
$b_3$	-0,13	0,23	-0,02
$b_{12}$	0,004	0,17	0,03
$b_{13}$	0,02	-0,45	-0,04
$b_{23}$	-0,18	-0,84	-0,04
$b_{123}$	-0,02	-0,75	-0,03

Для числа степеней свободы  $f=16$  значение  $t$ -критерия Стьюдента равно 2,12 [111]. Доверительные интервалы  $\Delta b_i$  составили  $\pm 0,04$  и  $\pm 0,46$  соответственно для микропористости в поперечном и продольном направлениях,  $\pm 0,008$  для отклонения от размеров. Проверка статистической значимости с помощью  $t$ -критерия Стьюдента показала, что коэффициенты  $b_0, b_1, b_2, b_3, b_{23}$  уравнения для микропористости в поперечном направлении и коэффициенты  $b_0, b_1, b_3, b_{13}, b_{23}, b_{123}$  уравнения для микропористости в продольном направлении, коэффициенты  $b_0, b_1, b_2, b_3, b_{12}, b_{13}, b_{23}, b_{123}$  для значений отклонения от геометрических размеров статистически значимы при доверительной вероятности 95%.

Уравнения зависимости микропористостей и отклонений размеров от 3D модели от параметров процесса с кодированными факторами имеют вид:

$$\hat{y}_4 = 0,27 + 0,08X_1 + 0,14X_2 - 0,13X_3 - 0,18X_2X_3 \quad (3.7)$$

$$\hat{y}_5 = 1,38 + 0,54X_1 + 0,23X_3 - 0,45X_1X_3 - 0,84X_2X_3 - 0,75X_1X_2X_3 \quad (3.8)$$

$$\widehat{y}_6 = 0,07 + 0,04X_1 + 0,03X_2 - 0,02X_3 + 0,03X_1X_2 - 0,04X_1X_3 - 0,04X_2X_3 - 0,03X_1X_2X_3. \quad (3.9)$$

Значения  $F_p=1,1$  и  $F_p=1,7$  для микропористости в поперечном и продольном направлениях соответственно, и  $F_p=0,04$  для значений отклонения от геометрических размеров меньше табличного  $F_{\text{табл}}=3,0$ . Так как условие выполнено, то уравнения адекватны с доверительной вероятностью 95% [ [111]].

При переходе к натуральным факторам уравнения зависимости приняли вид:

$$\Pi_1 = 0,003P + 0,02t + 0,02L + 0,07Pt - 0,0009tL - 0,53 \quad (3.10)$$

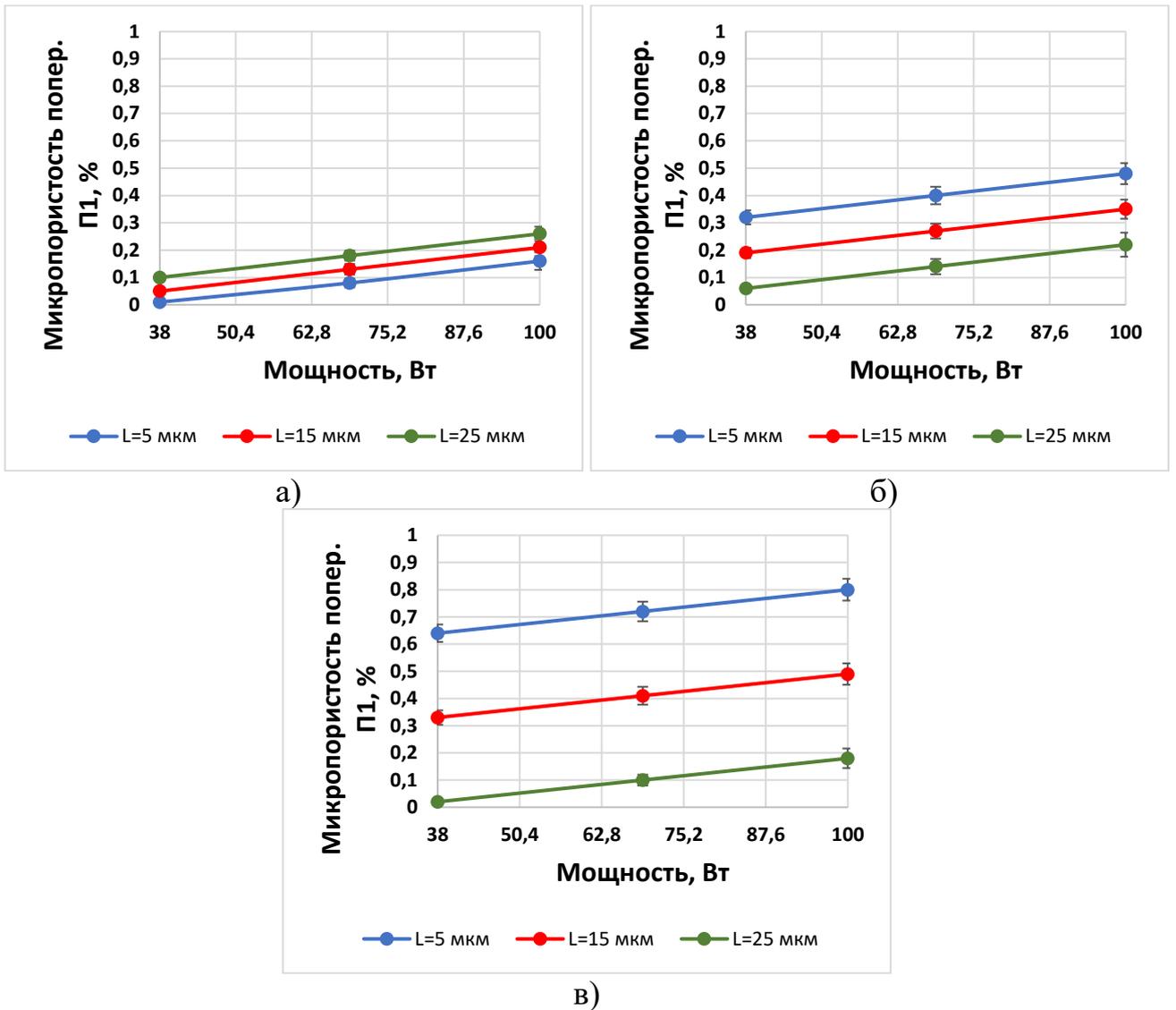
$$\Pi_2 = 0,82 - 0,03P - 0,06t - 0,04L + 0,002Pt + 0,003PL - 0,004tL - 0,0001PtL \quad (3.11)$$

$$\Delta = 0,031 - 0,0016P - 0,0039t + 0,0016L + 0,0001Pt + 0,00006PL + 0,0001tL - 0,000005PtL. \quad (3.12)$$

Полученные уравнения отражают зависимость микропористости в поперечном  $\Pi_1$  и продольном  $\Pi_2$  направлениях, отклонений от геометрических размеров  $\Delta$  от таких параметров процесса селективного лазерного плавления, как мощность лазерного излучения  $P$ , время засветки  $t$  и расстояния между точками засветки  $L$ .

На рисунке 3.18 представлены графики зависимости микропористости в поперечном направлении от режимов лазерного плавления.

По формуле 1.2 рассчитана объемная плотность энергии  $EV$  для которой по формулам 3.10 – 3.12 получены значения микропористости и отклонений размеров для диапазонов значений времени выдержки  $t=20-60$  мкм и расстояния между точками  $L=5-25$  мкм при  $P=38, 69$  и  $100$  Вт



а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

Рисунок 3.18 – Зависимость микропористости в поперечном направлении от мощности  $P$ , расстояния между точками  $L$  и времени засветки одной точки  $t$

Для полученных значений микропористости в продольном и поперечном направлении по формуле (1.1) перейдем к относительной плотности дорожек, на рисунке 3.19 показана зависимость относительной плотности дорожек в поперечном направлении от объемной плотности энергии.

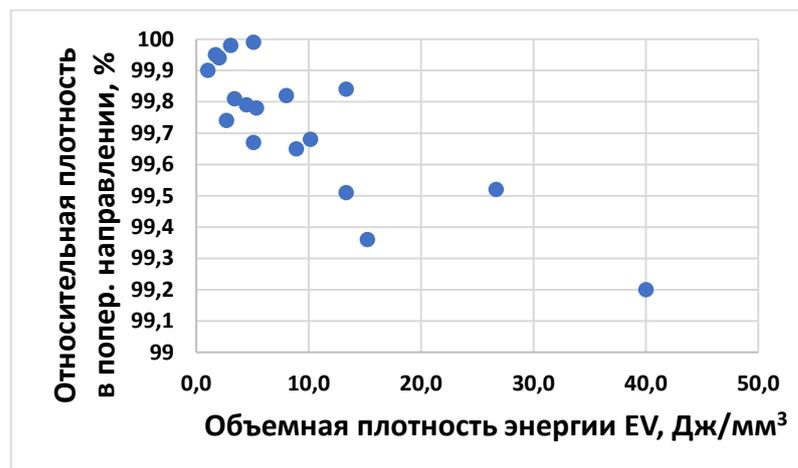


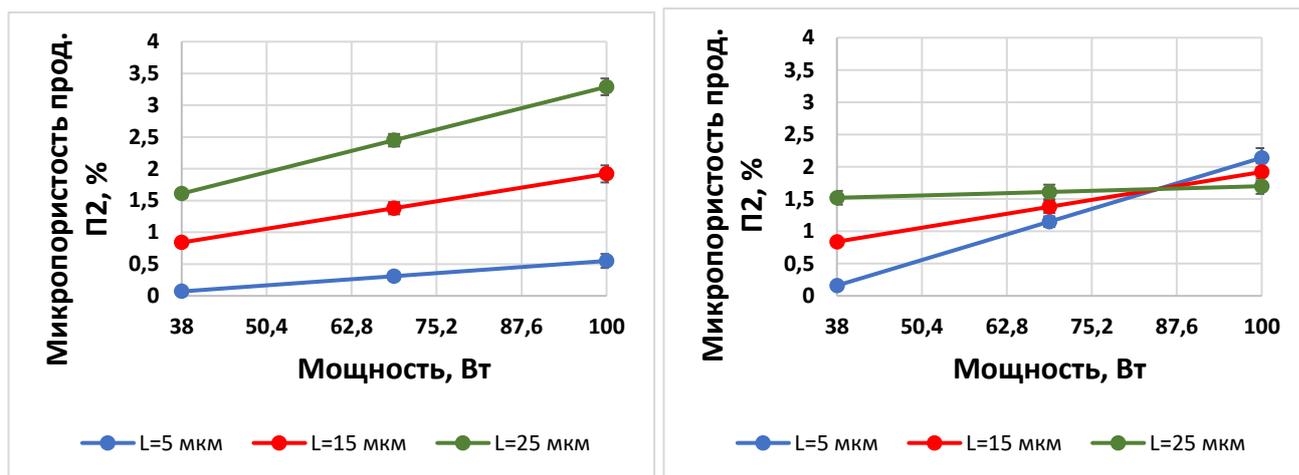
Рисунок 3.19 – Зависимость относительной плотности сплавленных образцов в поперечном направлении от объемной плотности энергии  $EV$

При времени выдержки 20 мкс уменьшение расстояние между точками с 25 до 5 мкм благоприятно влияет на структуру дорожек вследствие повышения энергии лазерного излучения в зоне образца и равномерного формирования ванны расплава, сопровождающегося снижением микропористости. Максимальная относительная плотность 99,98% в поперечном направлении наблюдается при сочетании минимальных значений параметров мощности  $P=38$  Вт, времени засветки одной точки 20 мкс, расстоянии между точками засветки 5 мм, при объемной плотности энергии 5,1 Дж/мм<sup>3</sup> (Рисунок 3.19). При минимальных значениях мощности увеличение расстояния между точками с 5 до 25 мкм, а следовательно, и скорости прохождения лазера, приводит к увеличению значений микропористости, относительная плотность полученных образцов варьируется в пределах от 99,74 до 99,98%.

Увеличение тепловой энергии благоприятно влияет на структуру образцов, но только до определенного предела, при увеличении плотности энергии свыше значения 5,1 Дж/мм<sup>3</sup> можно отметить тенденцию к уменьшению относительной плотности, по-видимому, связанную с перегревом ванны расплава и некоторой нестабильностью процесса, о чем свидетельствует увеличение количества пор и их укрупнение. Так при времени выдержки 40 мкс и мощности 100 Вт и максимальном расстоянии между точками 25 мкм наблюдаются значение микропористости 0,35%, которое с возрастает с увеличением времени выдержки и

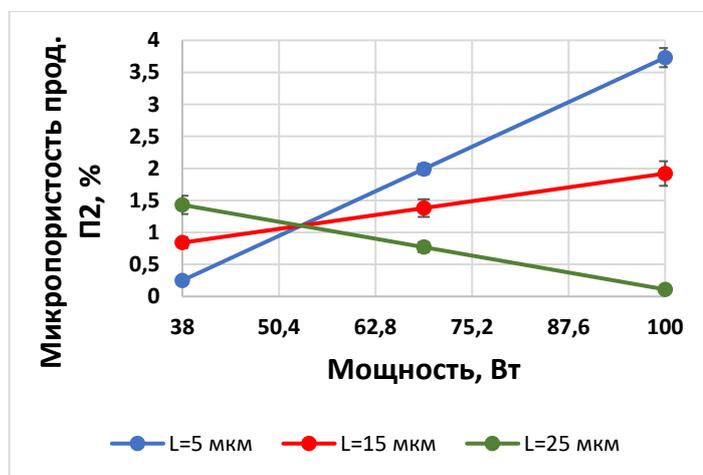
уменьшением расстояния и достигает своего максимального значения 0,8 % при мощности 100 Вт, расстоянии между точками 5 мкм и времени выдержки 60 мкс ( $EV=40$  Дж/мм<sup>3</sup>).

На рисунке 3.20 показана зависимость микропористости в продольном направлении от режимов лазерного плавления, на рисунке 3.21 – относительной плотности в продольном направлении от объемной плотности энергии.



а)

б)



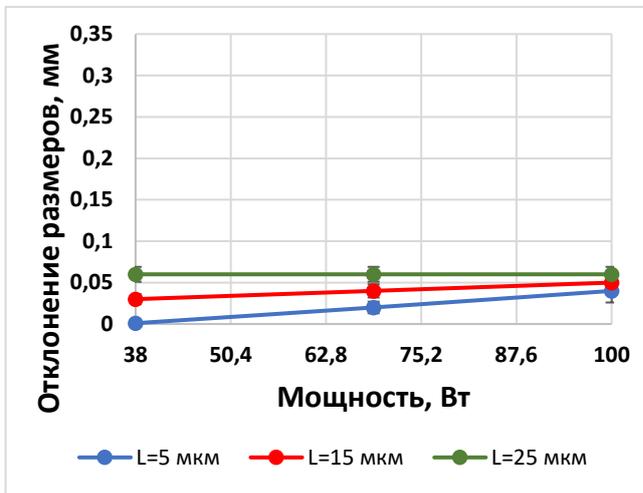
в)

а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

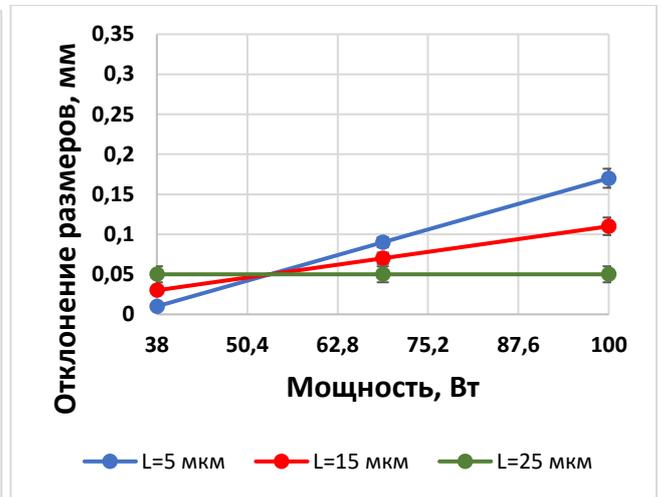
Рисунок 3.20 – Зависимость микропористости в продольном направлении от мощности  $P$ , расстояния между точками  $L$  и времени засветки одной точки  $t$



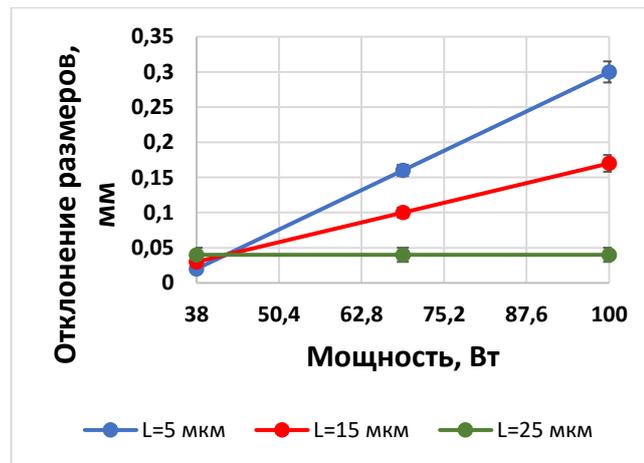
На рисунках 3.22, 3.23 показаны зависимости отклонений ширины от номинальных размеров, заданных по 3D модели, от режимов лазерного плавления и объемной плотности энергии  $EV$ .



а)



б)



в)

а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

Рисунок 3.22– Зависимость отклонения от 3D модели от мощности  $P$ , расстояния между точками  $L$  и времени засветки одной точки  $t$

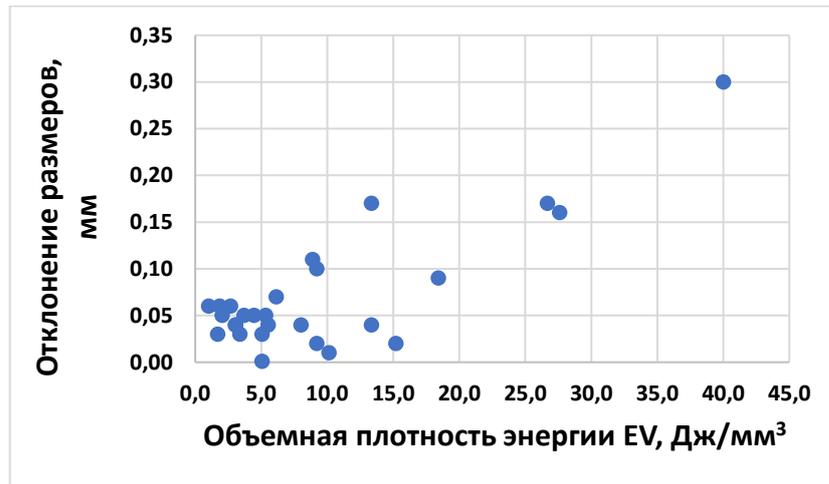


Рисунок 3.23– Зависимость отклонений от 3D модели от  $EV$

При минимальных значениях объемной плотности энергии  $1 \text{ Дж/мм}^3$  при сочетании мощности  $P=38 \text{ Вт}$ , времени засветки одной точки  $t=20 \text{ мкс}$  и расстояния между точками  $L=25 \text{ мкм}$  наблюдаются отклонения от номинальных размеров порядка  $0,06 \text{ мм}$ , вызванное скорее общей нестабильностью и перепадами размеров дорожки. Увеличении объемной плотности энергии приводит к снижению отклонений, минимум  $0,01 \text{ мм}$  наблюдается при значении  $EV=5,1 \text{ Дж/мм}^3$ , которое обеспечивается параметрами мощности  $P=38 \text{ Вт}$ , времени засветки одной точки  $t=20 \text{ мкс}$  и расстояния между точками  $L=5 \text{ мкм}$ . Дальнейшее увеличение энергетического вклада параметров плавления приводит к возрастанию отклонений от геометрических размеров, наибольшее значения отклонения –  $0,3 \text{ мм}$  наблюдается при максимальном значении объемной плотности энергии  $40 \text{ Дж/мм}^3$ , при мощности  $P=100 \text{ Вт}$ , времени засветки одной точки  $t=60 \text{ мкс}$  и расстояния между точками  $L=5 \text{ мкм}$ .

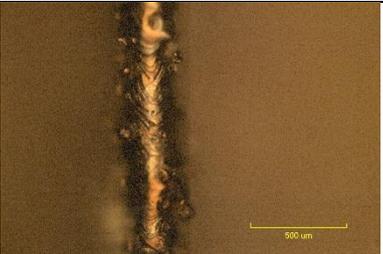
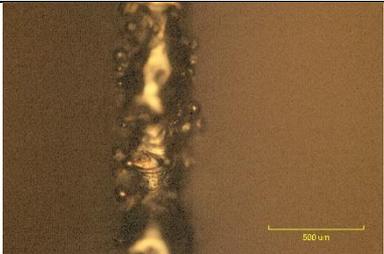
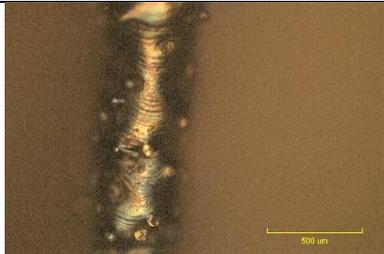
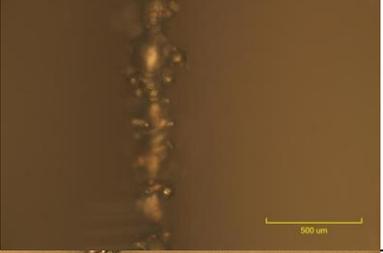
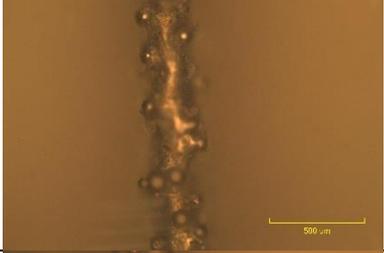
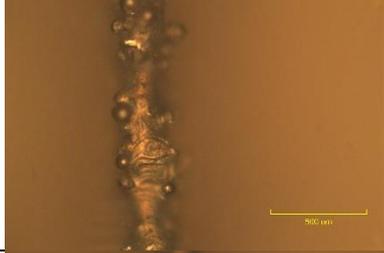
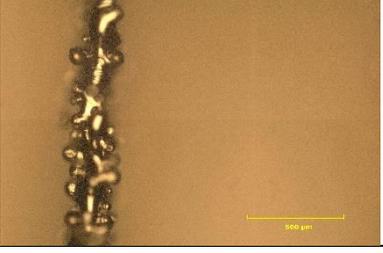
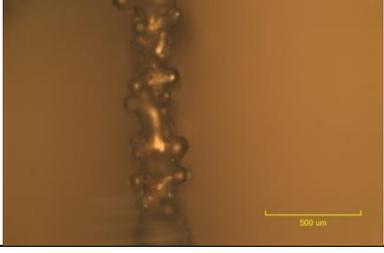
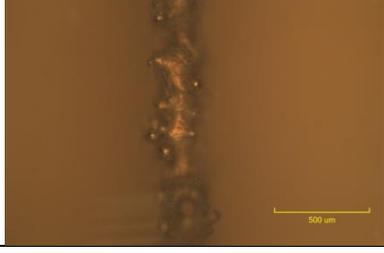
### 3.5 Определение технологических режимов изготовления ВПЯМ на основе комплексного анализа критериев качества

#### Анализ геометрических размеров и поверхностной структуры дорожки

Минимальная ширина дорожки, которая обеспечивается расстоянием между точками  $L=25 \text{ мкм}$ , а также сочетанием параметров мощности лазерного

излучения  $P=38$  Вт и времени выдержки  $t=20$  мкс, составляет в среднем 90 мкм. Дорожки характеризуются неравномерной, частично не проплавленной поверхностной структурой, большим скоплением нерасплавленных частиц в центральной зоне и на периферии, перепадами по высоте в пределах размеров частиц (таблица 3.9) [73].

Таблица 3.9 – Сплавленные дорожки при мощности  $P=38$  Вт

$t$ , МКС $L$ , МКМ	20	40	60
5			
15			
25			

При времени выдержки 40 мкс наблюдается увеличение размера дорожки в среднем до 120 мкм, связанное увеличением зоны проплавления. Центральная зона трека характеризуется проплавлением с отдельными включениями нерасплавленных частиц, на периферии сосредоточено большое количество спеченных частиц. Дорожки, изготовленные при времени засветки 60 мкс, характеризуются существенным расплавлением центральной зоны, ширина составляет порядка 141 мкм. По сравнению со значениями времени выдержки 20

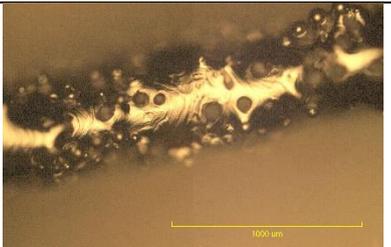
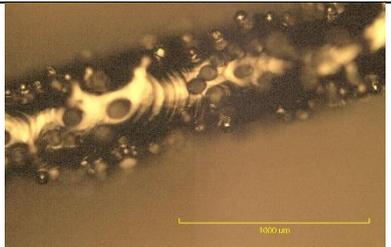
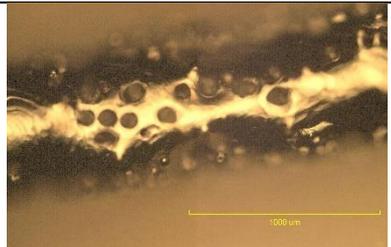
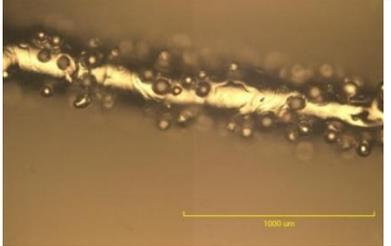
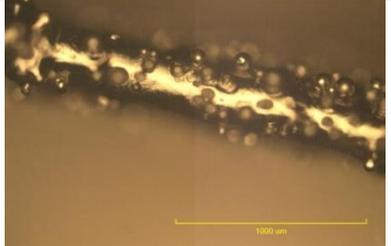
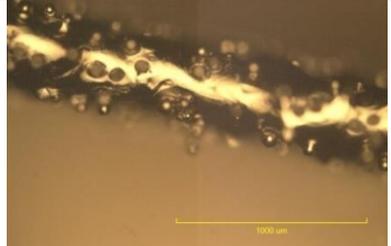
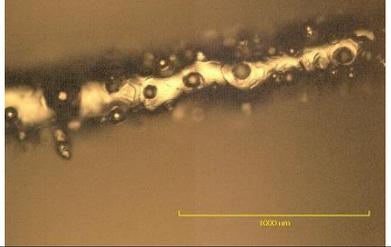
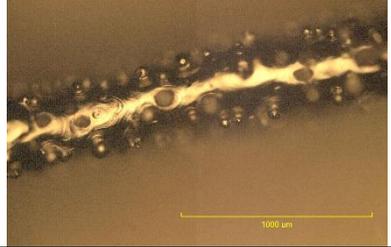
и 40 мкс можно отметить более равномерное проплавление центральной зоны. Таким образом, при изменении времени выдержки от 20 до 60 мкс и сочетании расстояния между точками  $L=25$  мкм, заданной мощности  $P=38$  Вт недостаточно для получения однородной поверхностной структуры. С увеличением времени выдержки отмечается проплавление центральной части, однако также наблюдается истончение дорожки и колебание размеров, что недопустимо для перемычек при формировании ячеистого каркаса. Таким образом, можно заключить, что энергии лазерного излучения недостаточно для полного проплавления и формирования равномерных треков.

При уменьшении расстояния между точками до 15 мкм с увеличением времени выдержки возрастают ширина дорожки и размер центральной проплавленной зоны, сохраняется большое количество частиц спеченного порошкового материала на периферийной части дорожки. Для расстояния между точками 5 мкм можно отметить повышение стабильности размеров, увеличение ширины дорожки и полное ее проплавление, на периферийной части наблюдаются остаточные спеченные частицы, формирующие шероховатость поверхности. Максимальная ширина дорожки 346 мкм для мощности 38 Вт наблюдается при расстоянии между точками 5 мкм и времени выдержки 60 мкс.

Также можно отметить, что при одинаковых значениях скорости 0,25 м/с, которую можно достичь разными способами, например, при  $L=5$  мкм,  $t=20$  мкс и  $L=15$  мкм,  $t=60$  мкс, наблюдаются различия в размерных и структурных характеристиках дорожки (например, равномерность проплавления, геометрические параметры, отклонение размеров). Так в первом случае наблюдается более однородная поверхностная структура с единичными включениями спеченных частиц на периферии, также при уменьшении расстояния до 5 мкм между точками наблюдаются меньшие колебания размеров основной части. Во втором случае отмечается большое количество крупных нерасплавленных частиц, как в центре, так и на периферии, также наблюдается перепад размеров дорожки.

При повышении мощности лазерного излучения до 100 Вт наблюдается полное проплавление центральной части дорожек с единичными включениями частично проплавленного порошкового материала, количество которого при приближении к периферии возрастает (таблице 3.10). Таким образом, энергии лазерного излучения для диапазонов значений расстояния между точками 5–25 мкм и времени выдержки 20–60 мкс достаточно для полного расплавления частиц и формирования однородных треков.

Таблица 3.10 – Сплавленные дорожки при мощности  $P=100$  Вт

$t$ , мкс $L$ , мкм	20	40	60
5			
15			
25			

Увеличение мощности лазерного излучения приводит к понижению скоростей кристаллизации, таким образом, для дорожек, сформированных при мощности лазерного излучения 100 Вт, характерно возникновение большого количества контактов с частицами, окружающими ванну расплава, за счет частичного плавления их поверхности. Также при максимальных значениях

энергии лазерного излучения происходит перегрев металла, несколько снижается стабильность процесса, возникает эффект парообразования и разлёт частиц порошка при изготовлении.

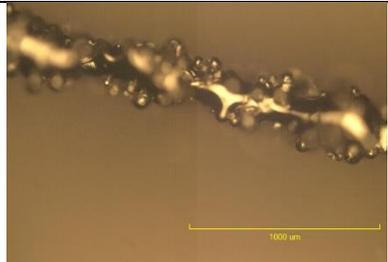
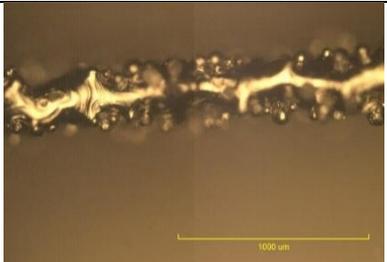
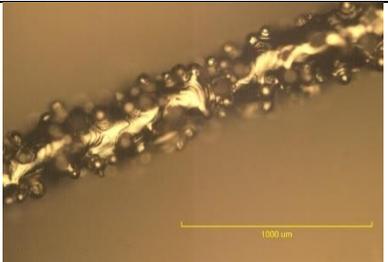
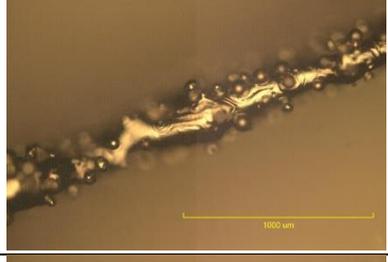
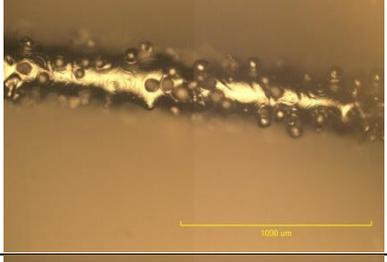
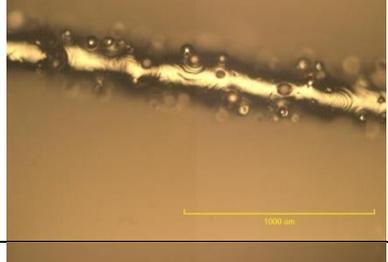
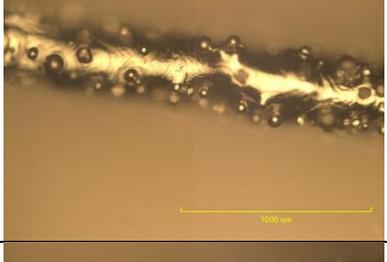
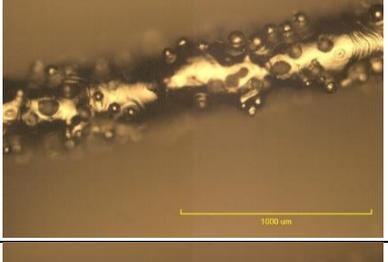
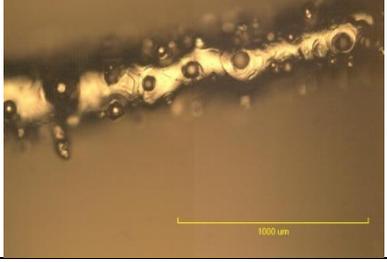
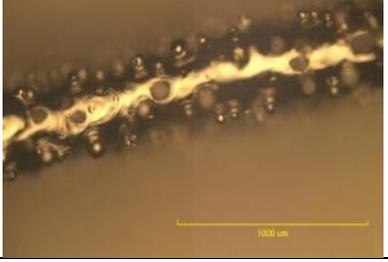
С точки зрения технологии машиностроения наличие высокой шероховатости поверхности является скорее недостатком, с медицинской точки зрения наличие большого числа припавленных частиц увеличивают удельную поверхность и тем самым способствует возникновению адгезии с костными клетками.

При максимальном расстоянии между точками  $L=25$  мкм и времени выдержки  $t=20$  мкс ширина дорожки составляет в среднем 138 мкм, при увеличении  $t$  до 40 и 60 мкс наблюдается возрастание размера до 161 и 186 мкм соответственно. Необходимо отметить, что при  $L=25$  мкм наблюдается некоторое отклонение от прямолинейной траектории и непостоянство размеров по ширине, которое нивелируется при уменьшении расстояния между точками до 15 и 5 мкм. Также изменение расстояния между точками оказывает большее влияние на конечную ширину трека по сравнению со временем выдержки. Наибольшие значения ширины дорожек наблюдаются при  $L=5$  мкм, максимум достигается с увеличением времени выдержки до 60 мкс и составляет порядка 612 мкм.

В таблице 3.11 приведены изображения дорожек, сплавленных при расстоянии между точками  $L=15$  мкм в диапазоне мощностей 50–88 Вт и значениях времени выдержки 20–60 мкс.

Для формирования равномерных треков при относительно небольших мощностях (38–50 Вт) с учетом диаметра пятна лазера и минимальном времени выдержки 20 мкс расстояние между точками должно составлять не менее половины от среднего диаметра частиц, составляющего 39,48 мкм, таким образом максимальное расстояние составляет  $\approx 15$  мкм, сочетание при этом  $t=20$  мкс,  $L=25$  мкм не обеспечивает стабильное протекание процесса плавления [118].

Таблица 3.11 – Сплавленные дорожки при расстоянии между точками  $L=15$  мкм

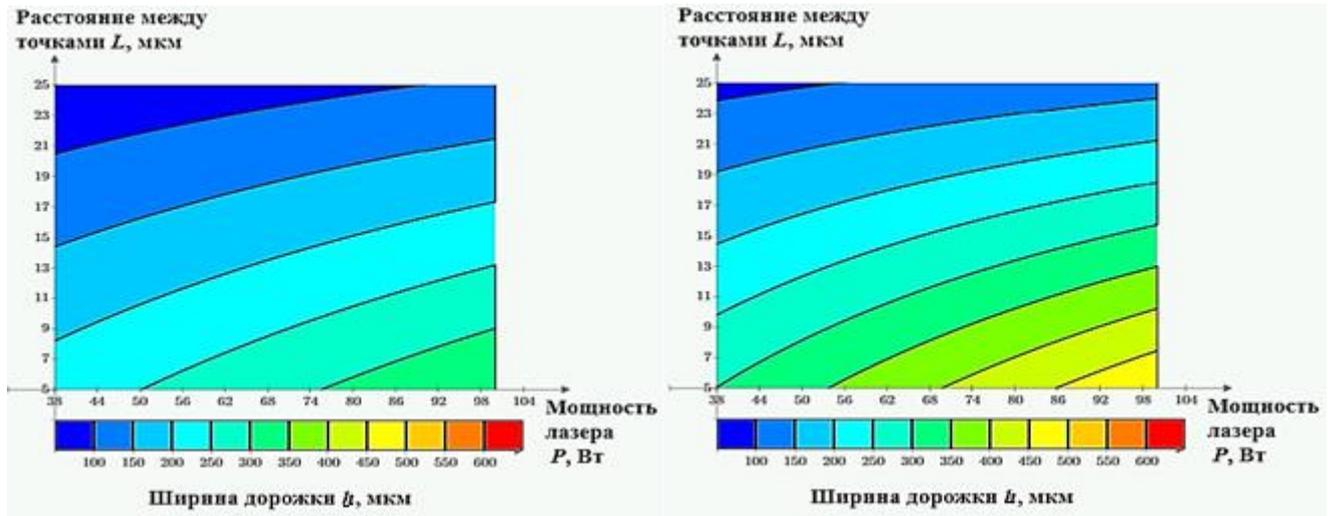
$t$ , мкс $P$ , Вт	20	40	60
50			
63			
75			
88			

Также при мощности 38 Вт и значениях времени выдержки 20–40 мкс для достижения равномерного проплавления частиц в центральной зоне и за ее пределами необходимо уменьшить значения расстояния между точками  $L$  от 15 до 5 мкм. При мощностях в пределах 38–50 Вт и значениях времени выдержки  $t=60$  мкс и расстоянии между точками  $L=15$  мкм наблюдается равномерное проплавление центральной зоны без значительных погрешностей формы, в частности, без отклонения от прямолинейности во всем диапазоне значений  $L$ .

В ходе исследования выявлено, что при ширине перемычки меньшей, чем 150 мкм, наблюдается истончение треков, значительное отклонение от прямолинейности, цилиндричности, что приводит к возникновению нестабильности геометрических размеров. Данные отклонения формы в большей степени характерны для небольших значений энергии лазерного излучения (до 50 Вт) и особенно заметно проявляются при расстоянии между точками 25 мкм, при возрастании энергии лазерного излучения наблюдается значительное увеличение геометрических размеров дорожек. Для выбранного диапазона размеров ячейки 1–3 мм значения ширины сходящихся в узлах перемычек, большие, чем 350 мкм, приводят к полному или частичному закрытию ячеек, возникновению низкой пористости и отсутствию возможности извлечения неспеченного порошка из внутренних каналов.

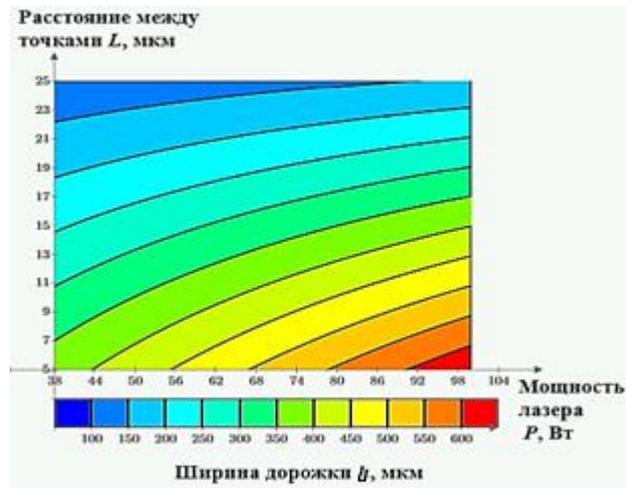
Таким образом, в качестве критериев отбора следует использовать такие режимы, при которых формируются заданные геометрические размеры дорожки без существенных отклонений формы и образования закрытой макропористости ячеистой структуры, а также обеспечиваются равномерность проплавления и однородность поверхностной структуры.

Так как время выдержки является параметром оборудования, который изменяется с шагом 20 мкс, выбор диапазона параметров производился с учетом данной характеристики. На рисунке 3.24 показано распределение ширины образцов в зависимости от параметров процесса лазерного плавления.



а)

б)



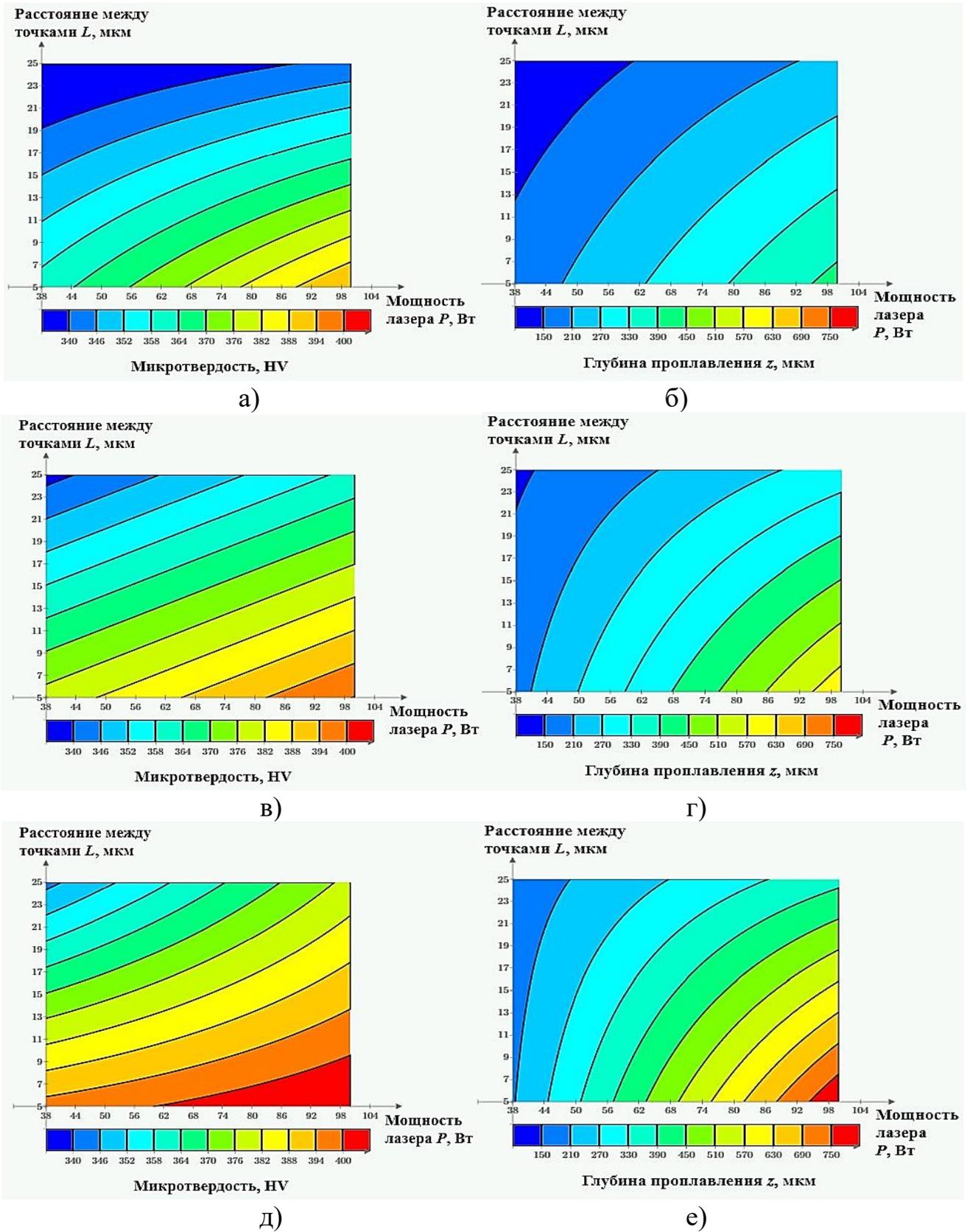
в)

а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс;

Рисунок 3.24 – Зависимости ширины дорожки от мощности лазерного излучения  $P$  и расстояния между точками  $L$  при различных значениях времени засветки одной точки  $t$

### 3.5.1 Анализ микротвердости и глубины проплавления

При минимальных значениях параметров мощности  $P=38$  Вт и времени засветки  $t=20$  мкс, максимальном расстоянии между точками засветки  $L=25$  мкм наблюдаются наименьшие значения микротвердости  $331 \text{ HV}_{0,1}$ .



а), б)  $t=20$  мкс; в), г)  $t=40$  мкс; д), е)  $t=60$  мкс;

Рисунок 3.25 – Зависимости микротвердости дорожки (а, в, д) и глубины проплавления (б, г, е) от мощности лазерного излучения  $P$  и расстояния между точками  $L$  при различных значениях времени засветки одной точки  $t$

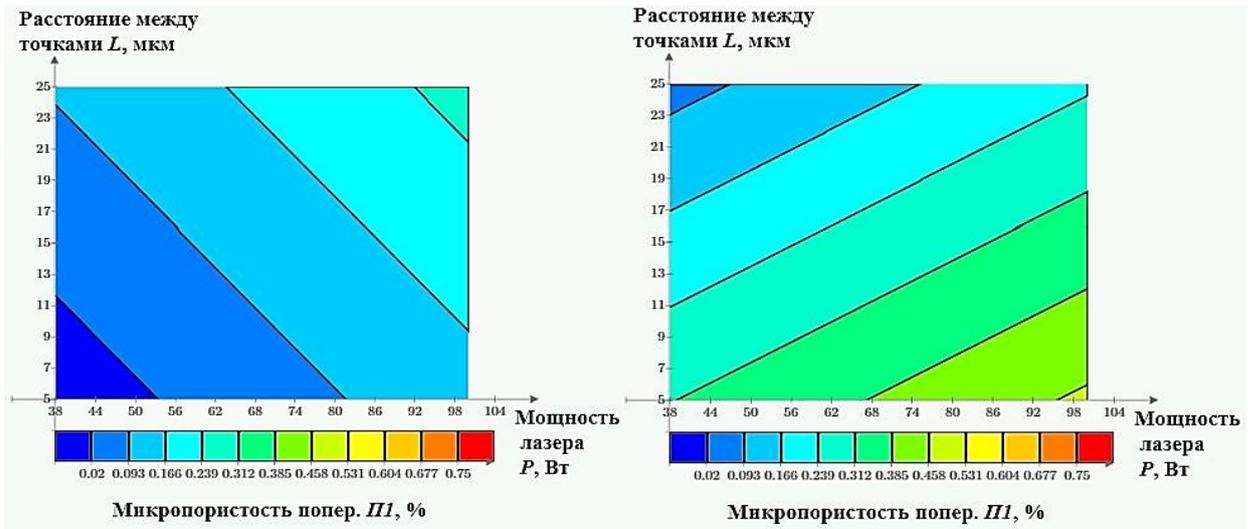
Глубина проплавления порядка 120 мкм, что превышает установленное технологическое значение толщины единичного слоя (шаг рассечения на слои 30 мкм), таким образом прочность сцепления при данном сочетании параметров между слоями обеспечена. При увеличении энергии лазерного излучения (максимальной мощности 100 Вт, времени выдержки 60 мкс и минимальном расстоянии между точками 5 мкм) оказывается наибольшее термическое влияние на низлежащие слои и максимальные значения глубины проплавления порядка 800 мкм и микротвердости 406 HV<sub>0,1</sub>. На рисунке 3.25 показано распределение микротвердости и глубины проплавления от мощности лазерного излучения  $P$  и расстояния между точками  $L$  при различных значениях времени засветки одной точки  $t$ . Микротвердость, как функция прочности ( $\sigma_B = K*HV$ ), свидетельствующая о равномерности прочностных свойств в объеме сплавленного элемента и однородности структуры сплавленного трека в целом удовлетворяет требованиям для Ti6Al4V, соответствует микротвердости плотных материалов.

Глубина проплавления должна быть достаточной для обеспечения взаимной прочности сцепления слоев, но не превышать размеров тонкостенных изделий, в нашем случае размеров перемычек при построении. Таким образом, критерием для выбора режимов является глубина проплавления не более 200–300 мкм.

### **Анализ микропористости в поперечном направлении**

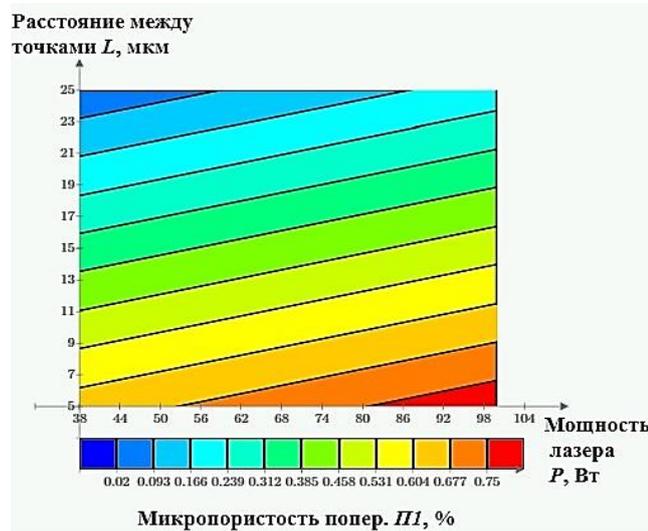
Критерии качества для пористости ячеистых материалов в продольном и поперечном направлении на основании литературных данных можно охарактеризовать следующим образом: 0,8% и менее – низкая микропористость, 0,8–1% – средняя, 1,0–1,5% – удовлетворительная, 2% и более – высокая.

На рисунке 3.26 приведены зависимость микропористости в поперечном направлении  $P_l$  от параметров процесса при различных значениях времени выдержки.



а)

б)



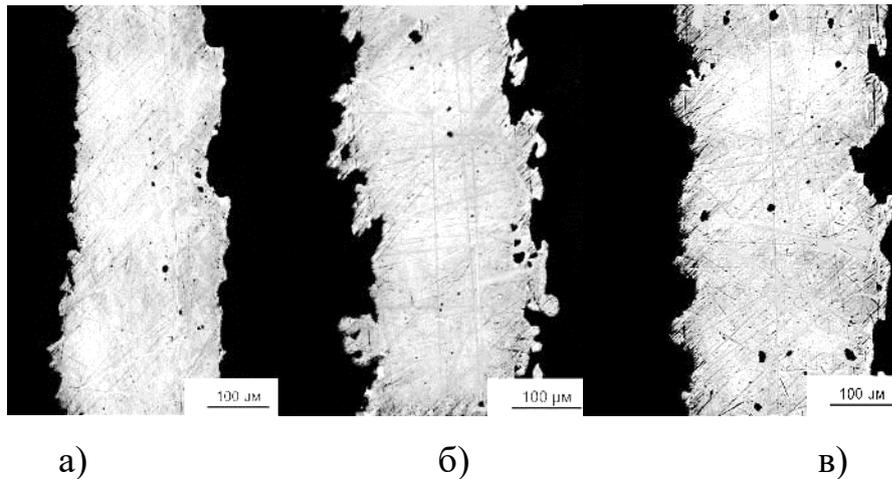
в)

а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

Рисунок 3.26 – Зависимость микропористости в поперечном направлении от параметров процесса

По результатам исследования можно заключить, что значения микропористости в поперечном направлении находится в диапазоне от 0,02 до 0,8%, поры имеют сферическую форму, их размер не превышает размеров частиц порошка. Наименьшее значение микропористости наблюдаются при сочетании минимальных значений мощности  $P=38$  Вт и времени выдержки  $t=20$  мкс, расстояния между точками засветки  $L=5$  мкм (рисунок 3.27, таблица 3.12). Границ

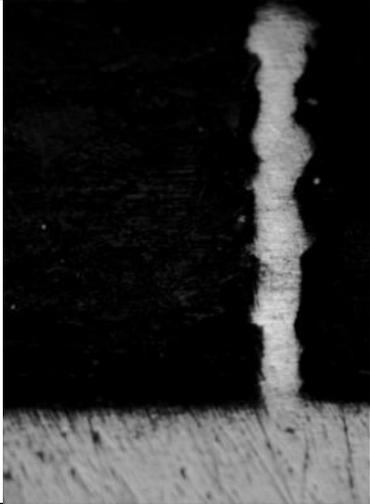
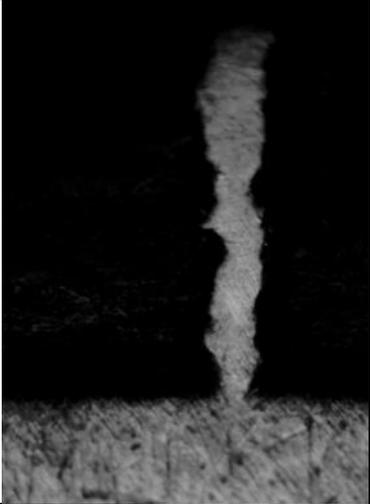
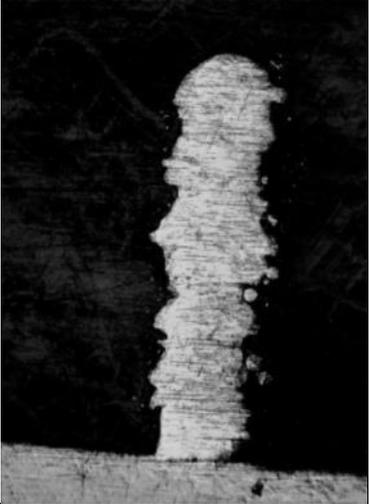
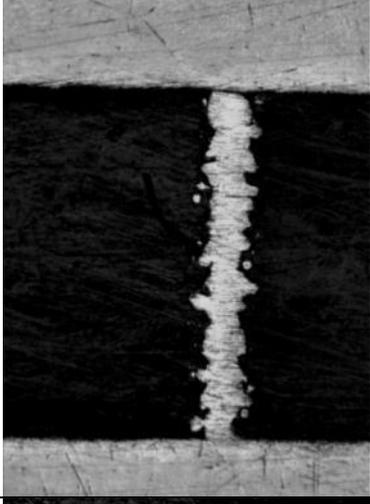
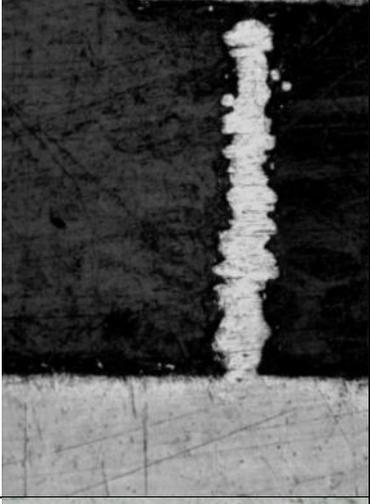
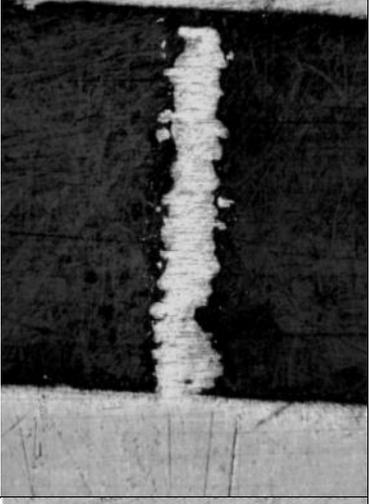
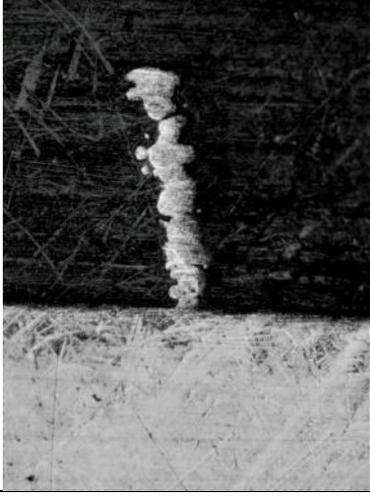
и пор между соседними слоями не наблюдается, таким образом можно заключить, что энергии выбранного диапазона режимов лазерного плавления достаточно для полного расплавления частиц порошка в текущем слое и приплавления его к предыдущему. При увеличении энергии лазерного излучения отмечается повышение микропористости, по-видимому, связанное с неполным выходом газа из расплава. Так при увеличении времени засветки до 60 мкс и уменьшении расстояния между точками  $L$  наблюдаются укрупнения пор вследствие высоких скоростей кристаллизации расплава. Также увеличение размера пор отмечается при увеличении мощности: при  $P=38$  Вт средний размер пор составляет 2 мкм и имеются единичные поры размером 5 – 10 мкм, при мощности 69 Вт средний размер пор составляет 5 мкм, размер единичных пор – 15–20 мкм, в основном наблюдаются газовые поры округлой формы. (рисунок 3.27).



а)  $P=38$  Вт;  $t=20$  мкс;  $L=5$  мкм; б)  $P=69$  Вт;  $t=20$  мкс;  $L=5$  мкм;  
в)  $P=100$  Вт;  $t=20$  мкс;  $L=5$  мкм;

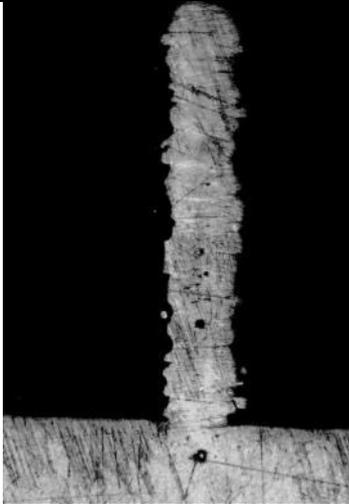
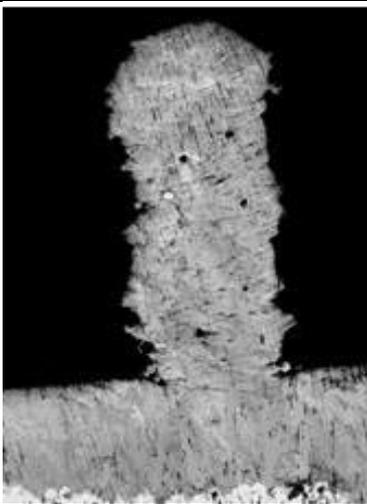
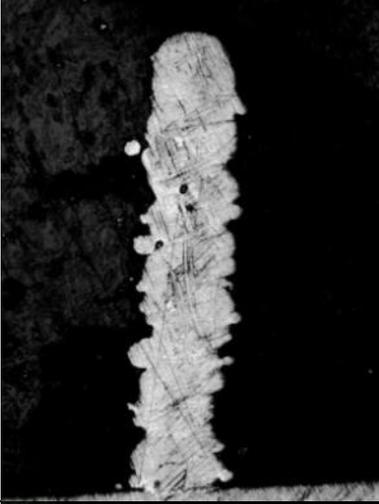
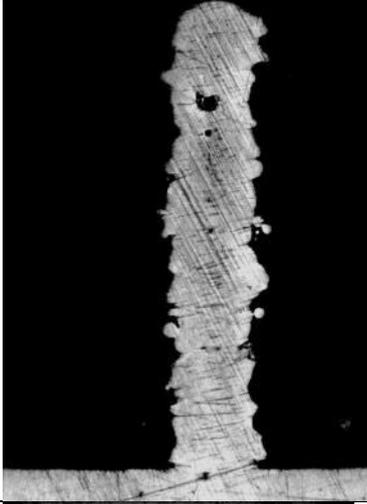
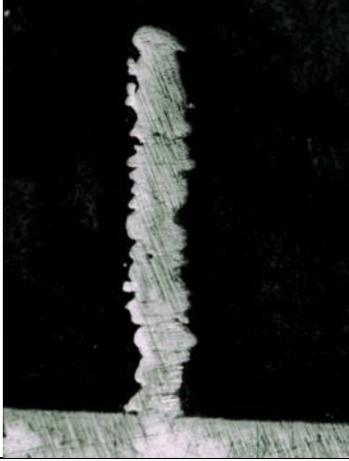
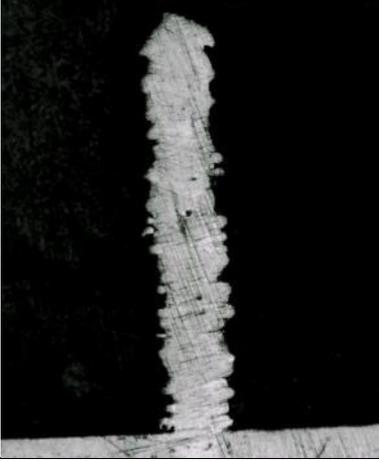
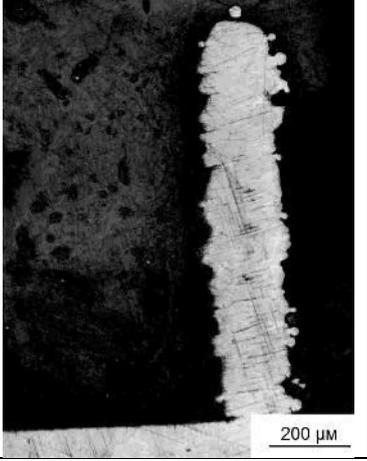
Рисунок 3.27 – Распределение микропористости по высоте дорожек в поперечном направлении

Таблица 3.12 – Поперечное направление дорожек при мощности  $P=38$  Вт

$t$ , мкс $L$ , мкм	20	40	60
5			
15			
25			

200  $\mu\text{m}$

Таблица 3.13 – Распределение микропористости по высоте дорожек в поперечном направлении при мощности  $P=100$  Вт

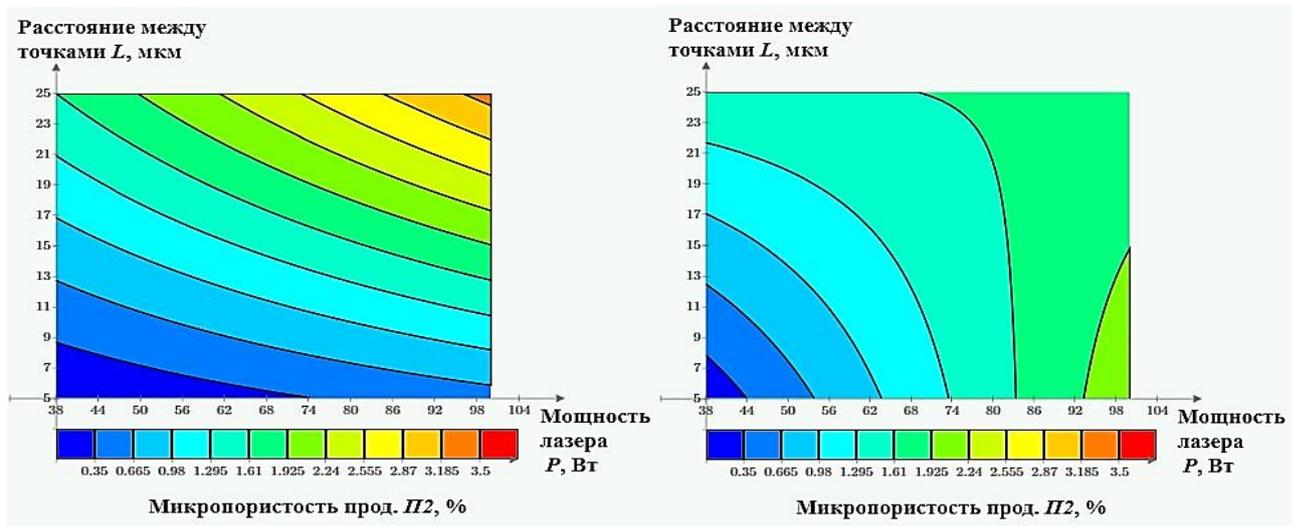
$t$ , мкс $L$ , мкм	20	40	60
5			
15			
25			

Дальнейшее увеличение мощности приводит к увеличению количества мелких пор и размеров крупных пор, при мощности 100 Вт средний размер пор

составляет 10 мкм, также имеются единичные крупные поры размером 25–50 мкм (рисунок 3.27). Максимальные значения пористости в поперечном направлении не превышают 0,8% и наблюдаются при увеличении времени выдержки до  $t=60$  мкс и уменьшения расстояния между точками засветки  $L=5$  мкм, так как при уменьшении скорости обработки происходит перегрев металла и разлет частиц порошка. Тем не менее, в поперечном направлении максимальные значения микропористости не превышают 0,8%, таким образом все режимы соответствуют низкой микропористости и удовлетворяют заданному критерию качества в данном направлении.

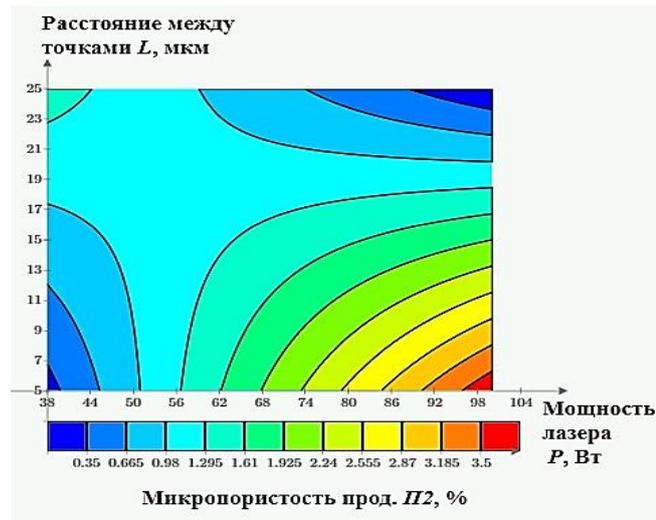
### Анализ микропористости в продольном направлении

На рисунке 3.28 приведены зависимость микропористости в продольном направлении  $\Pi_2$  от параметров процесса при различных значениях времени выдержки.



а)

б)



в)

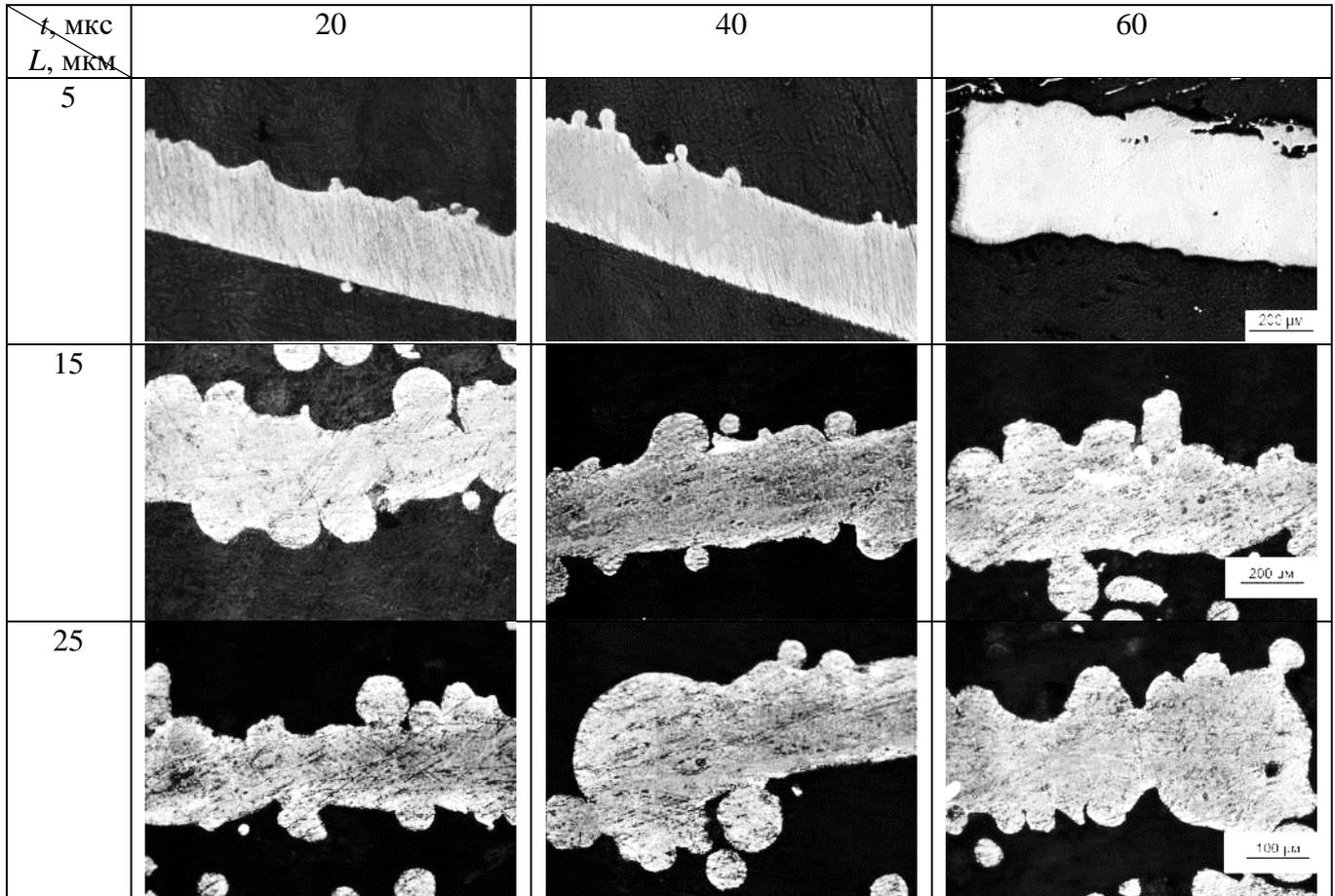
а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

Рисунок 3.28 – Зависимость микропористости в продольном направлении от параметров процесса

При минимальном значении мощности 38 Вт и максимальном расстоянии между точками засветки  $L=25$  мкм при различных значениях времени засветки микропористость в продольном направлении находится в пределах 1,5%, наблюдаются единичные поры размером 25 мкм и большое количество мелких пор, размером 2–5 мкм, вызванные высокой скоростью кристаллизации и неполным выходом газа из расплава (таблица 3.14).

При уменьшении расстояния между точками до 15 мкм наблюдается снижение пористости до 0,8%, при 5 мкм – до 0,25% и менее, что соответствует значениям, полученным для поперечного направления. В продольном направлении минимальная микропористость также, как и в поперечном наблюдается при сочетании минимальных значений параметров мощности 38 Вт, времени засветки одной точки 20 мкс, расстоянии между точками засветки 5 мм и составляет 0,07%. В продольном направлении в основном наблюдаются единичные поры размером 2–10 мкм, по сравнению с поперечным направлением можно отметить несколько большее количество пор размером 10 мкм.

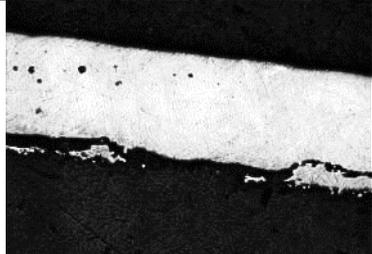
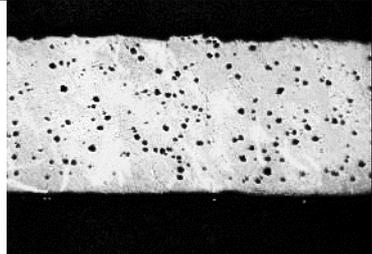
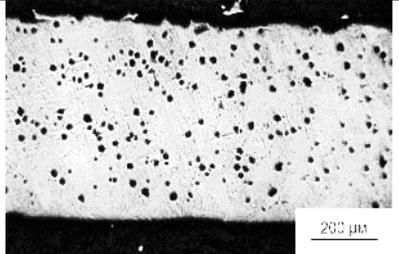
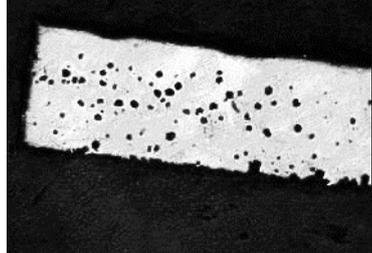
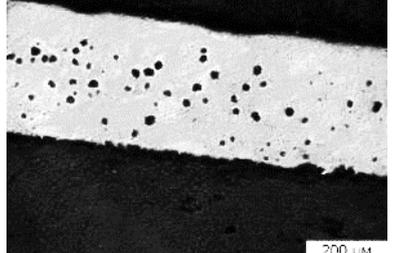
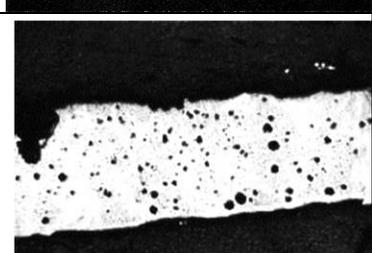
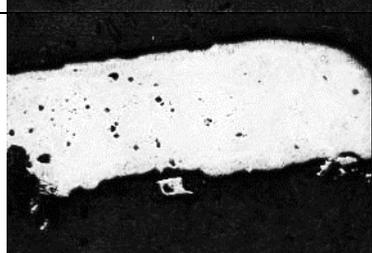
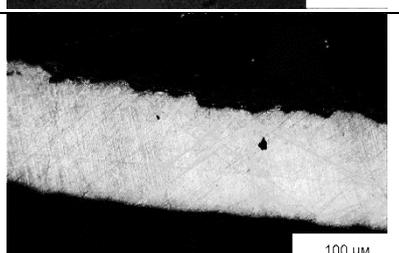
Таблица 3.14 – Распределение микропористости в продольном направлении при мощности  $P=38$  Вт



Для мощности 100 Вт при времени выдержки 20 мкс и расстоянии между точками 5 мкм микропористость составляет в среднем 0,5%, отмечаются в основном единичные поры размером 25 мкм и менее (таблица 3.15). При уменьшении энергии лазерного излучения, связанного с увеличением расстояния между точками до 25 мкм, микропористость повышается примерно в 6 раз, происходит укрупнение пор, увеличение энергии при повышении времени выдержки до 40 мкс снижает пористость до 1,5%, а затем при 60 мкс до 0,1 %. Однако дальнейшее увеличение количества энергии, поступающей в зону обработки, приводит к нестабильности процесса плавления и повышению микропористости, которая достигает своего максимального значения 3,7% при времени выдержки 60 мкс и расстоянии между точками 5 мкм. Происходит

увеличение количества крупных пор и их размера вследствие коагуляции частиц порошка.

Таблица 3.15 – Распределение микропористости в продольном направлении при мощности  $P=100$  Вт

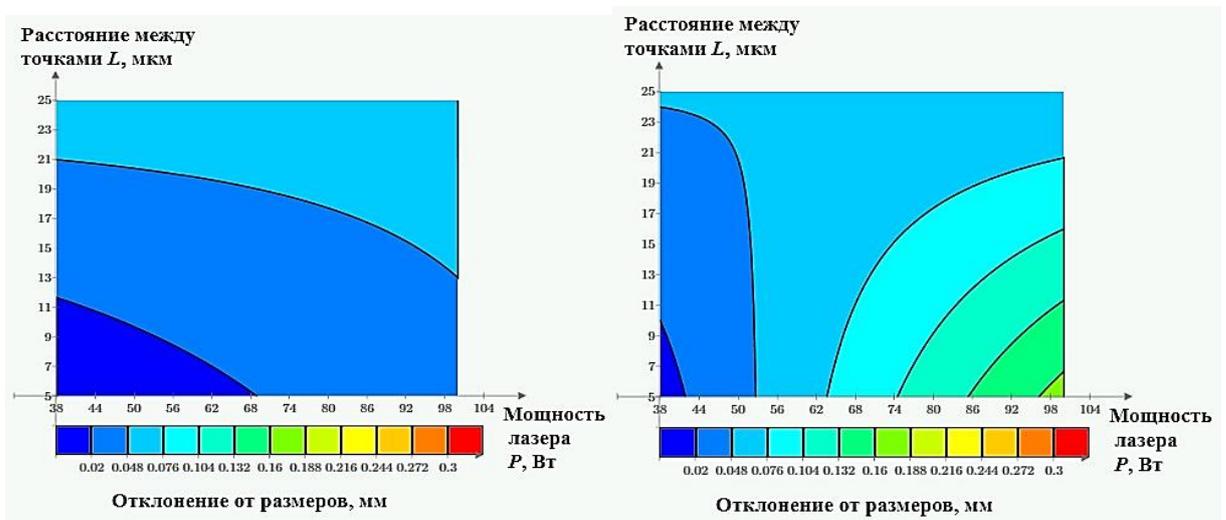
$t, \text{ мкс}$ $L, \text{ мкм}$	20	40	60
5			
15			
25			

В целом для продольного и поперечного направления с увеличением объемной плотности энергии выявлено увеличение микропористости, причем при минимальной мощности значения микропористости для взаимно перпендикулярных направлений находятся в одном диапазоне и не превышают 0,8%. С увеличением мощности можно отметить тенденцию к увеличению микропористости для двух направлений, однако в продольном направлении отмечаются большие значения, в основном наблюдаются газовые поры сферической формы, которые не превышают размеров частиц порошка. Необходимо стремиться к режимам плавления, которые обеспечивают для

продольного и поперечного направления изотропную микропористость, которая не превышает 0,8% по всем направлениям.

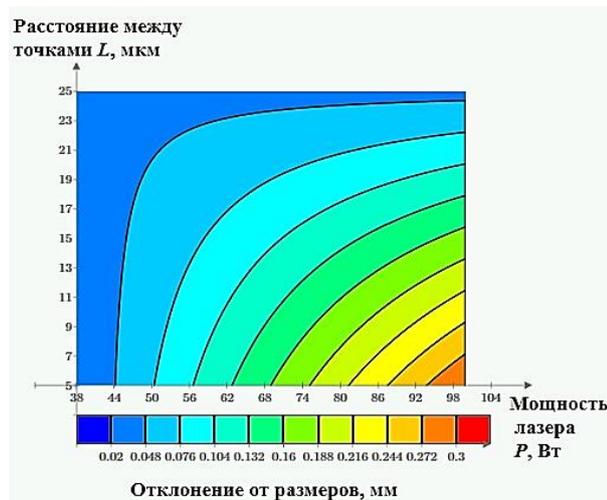
### Анализ отклонений от геометрических размеров по 3D модели

На рисунке 3.29 приведены зависимости отклонений размеров от номинальных значений, заданных по 3D модели от мощности лазерного излучения  $P$  и расстояния между точками  $L$  при различных значениях времени засветки одной точки  $t$ .



а)

б)



в)

а)  $t=20$  мкс; б)  $t=40$  мкс; в)  $t=60$  мкс

Рисунок 3.29 – Зависимость отклонений размеров от 3D модели от параметров процесса



Значительные отклонения геометрических размеров перемычек от 3D модели для ячеек с малыми диаметрами 1–3 мм могут впоследствии привести к закрытой пористости конструкции. Для дальнейшего прогнозирования механических свойств необходимо стремиться к режимам, которые обеспечивают получение геометрических параметров структуры наиболее близких к моделируемым. Критериями качества для выбора рациональных режимов лазерного плавления ячеистых материалов являются точность геометрических размеров, отклонения от номинальных значений не должны превышать размеров частиц – 57,89 мкм.

Установим режимы плавления, которые обеспечивают отклонения от геометрических размеров от 3D модели не более 0,05 мм.

### **Комплексные критерии выбора режимов**

На основе требований, предъявляемых к ячеистым материалам, установлены следующие качественные и количественные критерии выбора режимов для СЛП (таблица 3.16):

- обеспечение стабильных геометрических размеров дорожки с равномерным проплавлением и однородной поверхностной структурой;
- размеры перемычек в диапазоне 150 – 350 мкм (при размерах менее 150 мкм возможны значительные отклонения формы, в частности, отклонение от прямолинейности, цилиндричности, истончение перемычек; при размерах более 350 мкм возникает низкая и закрытая макропористость конструкции для выбранных размеров ячеек 1–3 мм);
- отклонения геометрических размеров сплавленных дорожек от 3D модели и отклонения формы  $< 0,06$  мм – не превышают размеров частиц 57,89 мкм;
- Микропористость в продольном и поперечном направлении менее 0,8%;
- Глубина проплавления, не превышающая диаметр перемычек 200–300 мкм.

Таблица 3.16 – Диапазон мощностей  $P$ , Вт, удовлетворяющий критериям

№ режима	$t$ , мкс	$L$ , мкм	Ширина 150–350 мкм	Глубина проплавления < 200 – 300 мкм	Микропористость продольная и поперечная < 0,8%	Отклонения размеров < 0,05 мм	Отбор
1	20	5	38–100	38–80	38–100	38–100	38–80
2		10	38–100	38–90	38–80	38–100	38–80
3		15	38–100	38–100	38–48	38–52	44–48
4		20	84–100	38–100	38–48	38–98	–
5		25	–	38–100	38	–	–
6	40	5	38–64	38–58	38–64	38–54	38–54
7		10	38–80	38–64	38–58	38–54	38–54
8		15	38–100	38–74	38–48	38–54	40–48
9		20	50–100	38–86	38	38–66	–
10		25	100	38–100	38	–	–
11	60	5	38	38–50	38–50	38–48	38–48
12		10	38–50	38–54	38–50	38–48	38–48
13		15	38–80	38–60	38–50	38–48	38–48
14		20	38–100	38–70	100	38–50	–
15		25	38–100	38–84	60–100	38–100	60–84

Технологические рекомендации по выбору режимов СЛП для получения требуемых геометрических и структурных характеристик перемычек ячеистых материалов при  $t=20$  мкс приведены на рисунке 3.31.

На основе комплексного анализа требований, предъявляемых к элементам структуры ячеистых материалов, а также с учетом качественных и количественных характеристик полученных дорожек установлены диапазоны рациональных значений технологических параметров СЛП, обеспечивающие получение перемычки с заданными по 3D модели геометрическими размерами, отклонения которых не превышают размер частиц порошка ( $\Delta < 0.06$  мм), микропористостью менее 0,8% в продольном и поперечном направлениях, глубиной проплавления, не превышающей толщину перемычек 200 – 300 (желтая область на графиках):

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

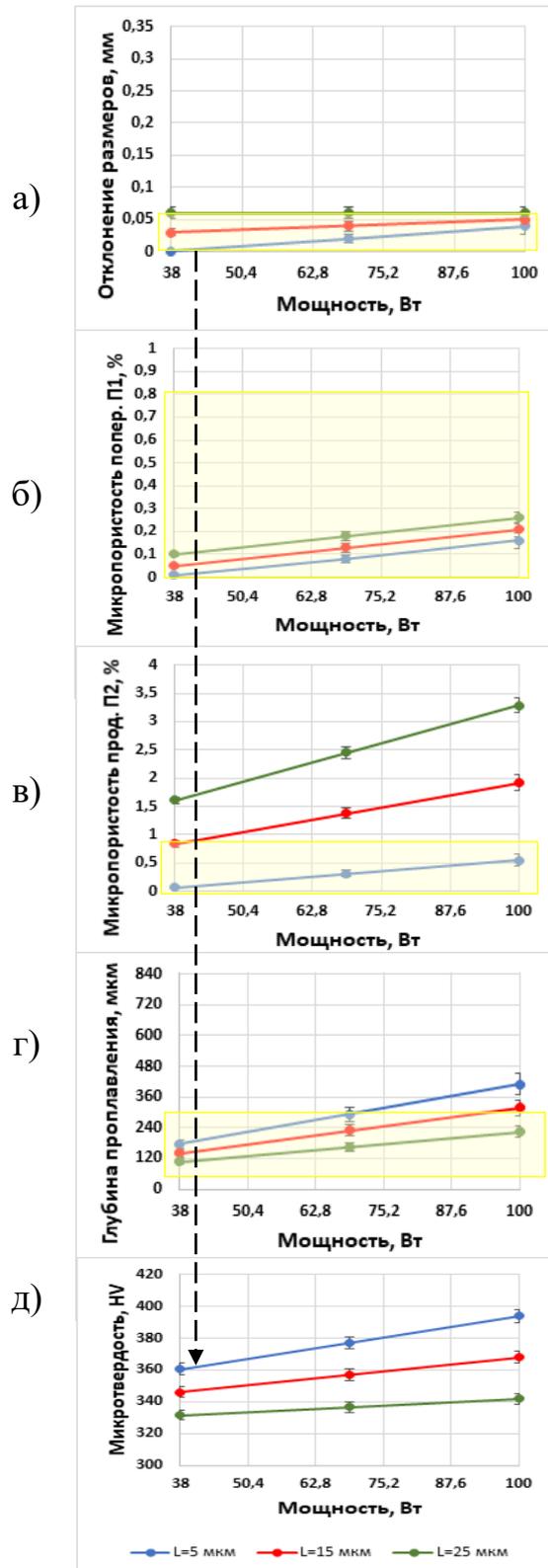


Рисунок 3.31– Выбор параметров лазерной обработки при  $t=20$  мкс: а) отклонения размеров, мм; б) микропористость в поперечном направлении  $P_1$ , %; в) микропористость в продольном направлении  $P_2$ , %; г) глубина проплавления, мкм; д) микротвердость, HV

При сочетании параметров, выходящих за указанный диапазон (например,  $P=100$  Вт,  $t=60$  мкс,  $L=5$  мкм при  $EV=40$  Дж/мм<sup>3</sup>) наблюдаются максимальная микропористость порядка 0,8–3,7% в продольном и поперечном направлении,  $\Delta=0,3$  мм, максимальная глубина проплавления 0,8 мм и микротвердость 406 HV<sub>0,1</sub>. Минимальная микропористость дорожек, составляющая 0,02–0,07% в продольном и поперечном направлении в сочетании с минимальными отклонениями геометрических размеров от 3D модели порядка 0,01 мм и глубиной проплавления 0,175 мм, микротвердостью 360 HV<sub>0,1</sub> достигаются 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>.

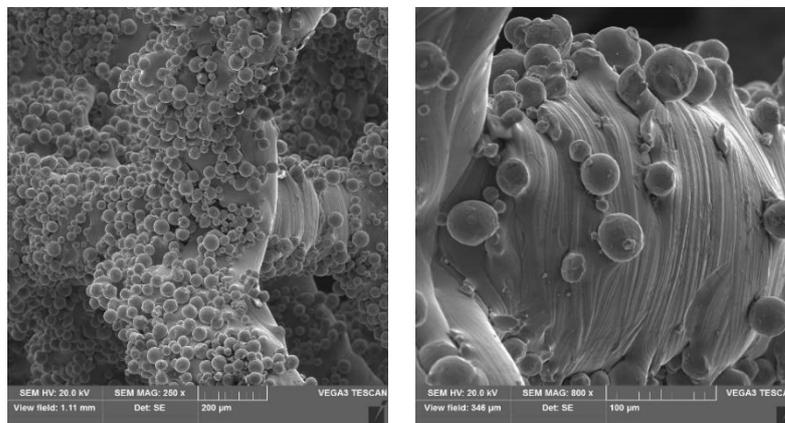
### 3.6 Исследование структуры и свойств ВПЯМ

#### Исследование поверхностной структуры и геометрических размеров ВПЯМ

Методом селективного лазерного плавления на режиме  $P=38$  Вт,  $t=20$  мкс,  $L=5$  мкм получены ячеистые образцы с диаметрами ячеек  $D=1, 2, 3$  мм, со средней шириной перемычек по основному профилю (без учета налипших частиц)  $d=0,2; 0,25; 0,3$  мм с макропорами 250 – 850 мкм (рисунок 3.32). Для анализа микротопографии поверхности структурных элементов ячеистых материалов использован сканирующий электронный микроскоп VEGA3 Tescan при ускоряющем напряжении 20 кВ (рисунки 3.33 – 3.36).



Рисунок 3.32 – Ячеистые структуры, полученные методом СЛП

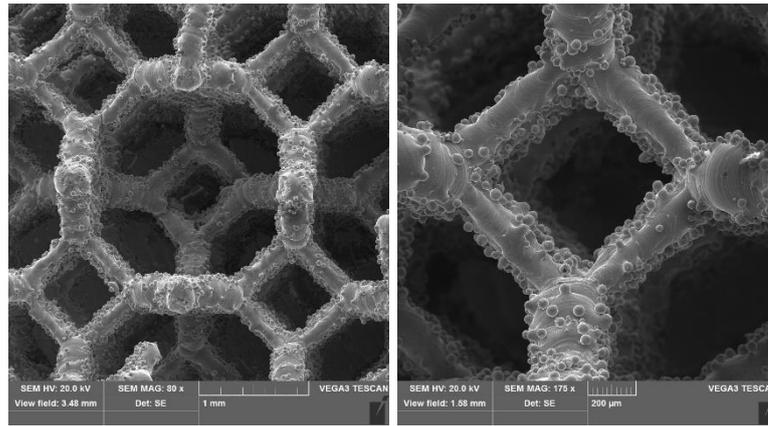


а)

б)

а) увеличение 250 х; б) увеличение 800 х;

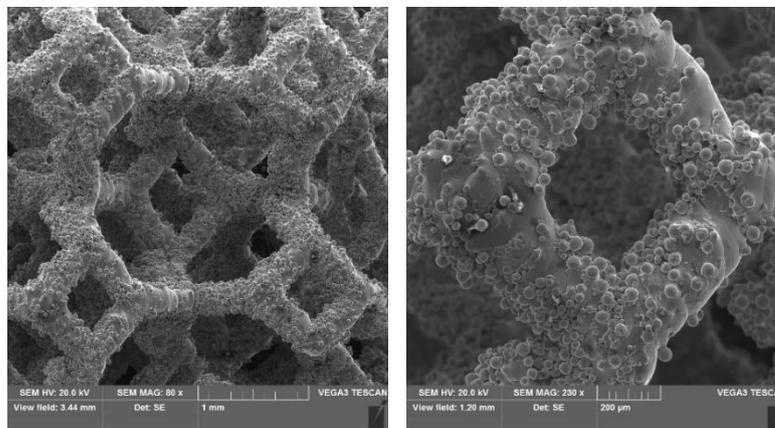
Рисунок 3.33 –Перемычки ВПЯМ



а)

б)

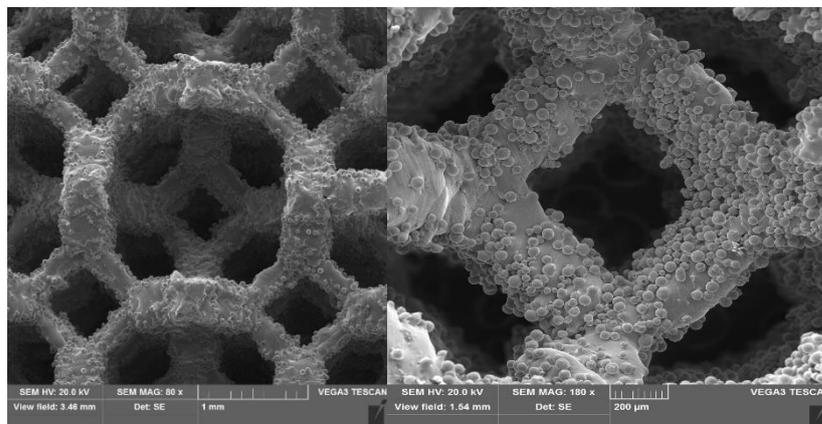
а) увеличение 80 х; б) увеличение 175 х;

Рисунок 3.34 – ВПЯМ с диаметрами ячейки  $D=2$  мм и перемычки  $d=0,2$  мм

а)

б)

а) увеличение 80 х; б) увеличение 230 х;

Рисунок 3.35– ВПЯМ с диаметрами ячейки  $D=2$  мм и перемычки  $d=0,25$  мм

а)

б)

а) увеличение 80 х; б) увеличение 180 х;

Рисунок 3.36 – ВПЯМ с диаметрами ячейки  $D=2$  мм и перемычки  $d=0,3$  мм

Перемычки имеют цилиндрическую форму и состоят из основной расплавленной части и приплавленных к ней частиц, которые увеличивают шероховатость поверхности, что должно положительно сказываться на закреплении костных клеток при вживлении ячеистых имплантатов (рисунок 3.36). Центральная расплавленная часть перемычек в целом отличается стабильностью размеров, заданных по 3D модели, отклонения размеров от 3D модели не превышали 0,01 мм.

### Результаты элементного и рентгеноструктурного анализа образцов

Количественный анализ элементного состава проводился с помощью энергодисперсионного спектрометра Quantax путем обработки спектров модулем EasyEDX, встроенным в программное обеспечение микроскопа VEGA3 Tescan. СЭМ-изображение различных участков (спектров) перемычки в режиме съемки поглощенных электронов SE представлено на рисунке 3.37.

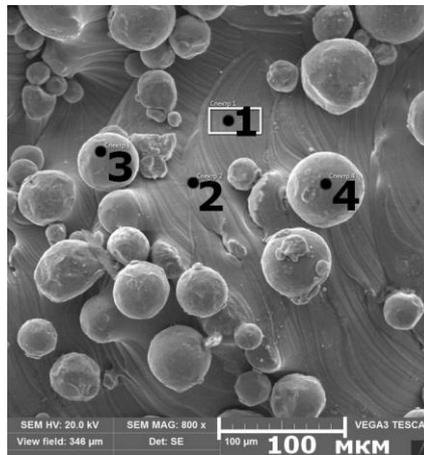
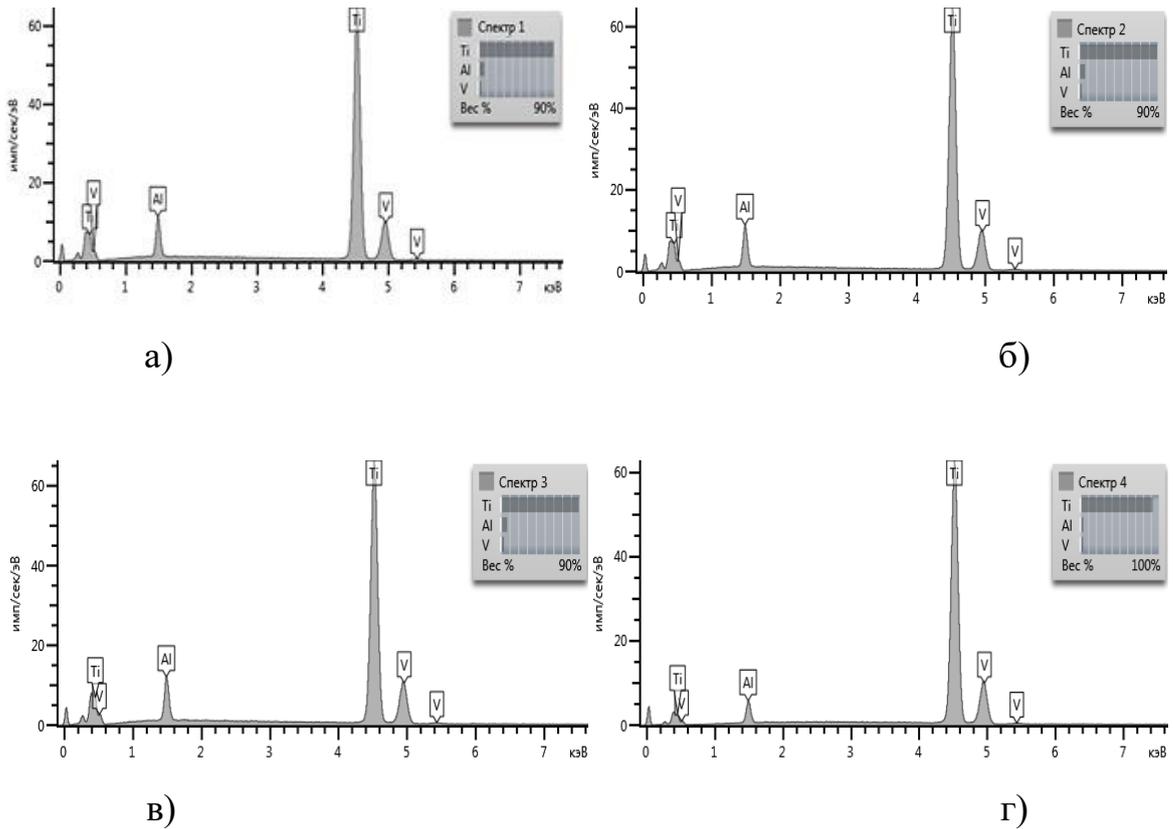


Рисунок 3.37 – Электронное изображение поверхности перемычки ВПЯМ с участками для элементного анализа

Интенсивности различных спектров показаны на рисунке 3.38, элементный состав участков перемычки ВПЯМ приведен в таблице 3.17.



а) спектр 1; б) спектр 2; в) спектр 3; г) спектр 4;  
Рисунок 3.38 – Результаты анализа элементного состава

Таблица 3.17 – Элементный состав участков перемычки ВПЯМ

Номер спектра	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

Элементный энергодисперсионный рентгенофлуоресцентный анализ титановых образцов выполнен на шлифах с помощью спектрометра EDX-800HS (Shimadzu), результаты приведены в таблице 3.18.

Таблица 3.18 – Результаты элементного анализа шлифов титановых образцов

№ образца	Содержание элементов, масс.%		
	Al	V	Ti
1	5,57	4,46	Остальное

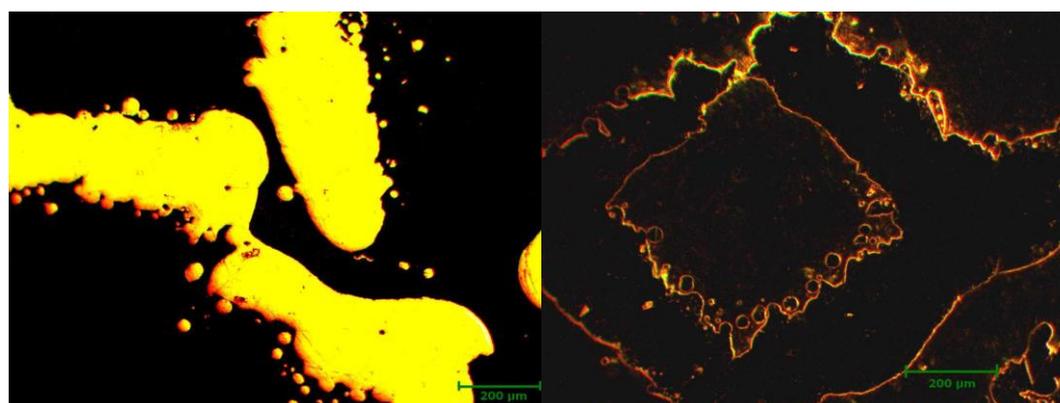
Продолжение таблицы 3.18

2	6,16	4,34	Остальное
3	5,83	4,28	Остальное
4	6,06	4,01	Остальное
5	6,41	4,45	Остальное
6	5,56	4,13	Остальное
7	5,69	4,19	Остальное
8	6,60	4,41	Остальное
9	6,47	4,04	Остальное

Таким образом, по сравнению с начальным составом порошка существенных изменений не произошло, химический состав образцов, полученных методом СЛП соответствует требованиям ГОСТ Р ИСО 5832-3.

### Исследование микроструктуры, микропористости и микротвердости перемычек

Анализ шлифов ячеистых материалов показал, что размеры пор в перемычках не превышают 15 мкм, микропористость в продольном и поперечном направлении составила диапазон 0,04–0,06% (рисунок 3.39).



а)

б)

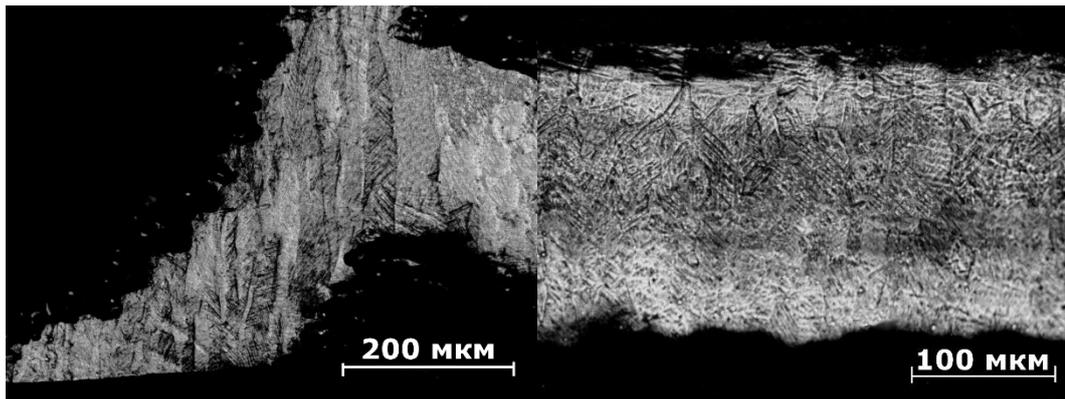
а) продольное направление (увеличение 100 х);

б) поперечное направление (увеличение 100 х, DF режим)

Рисунок 3.39– Микропористость перемычки ВПЯМ

Микротвердость, измеренная с помощью твердомера ПМТ-3, в узлах и перемычках конструкции находилась примерно на одном уровне и составила  $360 \pm 15$  HV.

Металлографические исследования показали, что микроструктура перемычек напоминает классическую видманштеттенову структуру ( $\alpha'$ ), которая характерна для титановых двухфазных  $\alpha+\beta$  сплавов и обусловлена способом получения образцов (рисунок 3.40). Также можно отметить столбчатый характер сформированной микроструктуры, селективное лазерное плавление предполагает быстрое нагревание и охлаждение и проявление игольчатой мартенситной  $\alpha'$  структуры, ориентировка которой совпадает с направлением теплоотвода в процессе плавления образцов.



а)

б)

а) увеличение 200 х; б) увеличение 500 х;

Рисунок 3.40 – Микроструктура перемычки ВПЯМ

Результаты металлографических исследований подтверждаются данными, полученными с помощью рентгеноструктурного анализа на дифрактометре XRD-6000 (Shimadzu, Япония), который показал, что образцы содержат в основном гексагональную фазу  $Ti$  ( $\alpha'$ ) (рисунок 3.41).

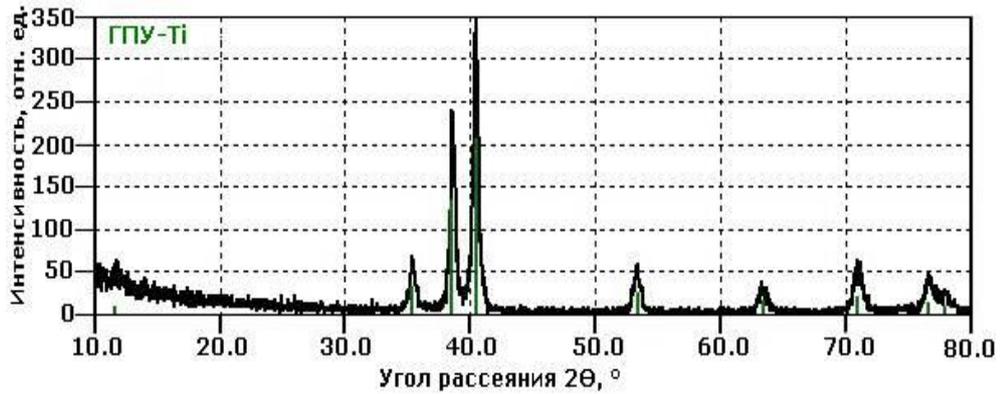


Рисунок 3.41 – Дифрактограмма образцов, полученных методом СЛП

Параметры решетки (ГПУ) составили  $a = 2,9398 \text{ \AA}$ ;  $c = 4,6790 \text{ \AA}$ , минимальный размер частиц вещества, имеющий правильное кристаллическое строение, на котором рентгеновские лучи рассеиваются когерентно, т.е. с постоянной разностью фаз (размер области когерентного рассеяния ОКР) составил  $D = 23 \text{ нм}$ .

### Выводы по главе 3

1. В результате структурно-морфологических исследований исходных материалов для изготовления имплантатов установлено, что порошки Ti6Al4V имеют правильную равноосную геометрическую форму, поверхностная структура практически свободна от сателлитов и оболочек в виде аморфного панциря. Размеры частиц порошка лежат в диапазоне от 13,46 до 57,89 мкм, средний размер  $d_{50}$  составил 39,48 мкм,  $d_{10}=27,84 \text{ мкм}$ ,  $d_{90}=51,92 \text{ мкм}$ . Насыпная плотность, плотность утряски и текучесть определялись по стандартной методике и составили 2,3 г/см<sup>3</sup>; 2,7 г/см<sup>3</sup> и 19 с соответственно, величина удельной поверхности для данной формы и размера частиц составила 0,14 м<sup>2</sup>/г. Анализ исходного порошка показал отсутствие вредных примесей и его соответствие российским и международным стандартам. Таким образом, порошковый материал Ti6Al4V может быть использован для изготовления изделий медицинского назначения.

2. На основе 3D моделирования разработана методика проектирования геометрии ВПЯМ с ячейками Вигнера-Зейтца, с размерами ячейки 1–3 мм и

макропорами 250–850 мкм, учитывающая архитектонику костной ткани, позволяющая в зависимости от диаметров ячеек и перемычек регулировать макропористость ячеистой структуры с целью обеспечения возможности извлечения неспеченного порошка и прорастания костной ткани.

3. В результате математического моделирования и экспериментальных исследований процессов плавления дорожек, имитирующих геометрию перемычек конструируемого ячеистого имплантата, установлены режимы лазерного излучения (мощность лазерного излучения  $P$ , время засветки  $t$ , расстояние между точками засветки  $L$ ), при которых в процессе СЛП формируются геометрические, физико-механические и структурные параметры материала перемычек конструируемого ВПЯМ (ширина сплавленного трека, глубина зоны проплавления, микротвердость, отсутствие непроплавленных частиц в центральной зоне, равномерность проплавления, минимальные макропористость и отклонение геометрических размеров от 3D модели), обеспечивающие требуемые прочностные и упругие свойства имплантатов, созданных на его основе:

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

4. На основании расчетов установлено, что минимальная макропористость 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>.

5. Металлографические исследования показали, что перемычки имеют вид манштеттенову структуру, ориентировка которой зависит от их угла наклона в ячеистом материале, что также подтверждается результатами рентгеноструктурного анализа, выявившими в основном гексагональную фазу Ti

( $\alpha'$ ). Параметры решетки (ГПУ) составили  $a = 2,9398 \text{ \AA}$ ;  $c = 4,6790 \text{ \AA}$ , размер области когерентного рассеяния составил 23 нм.

б. Химический состав образцов, полученных методом СЛП, соответствует составу исходного порошка, а также российским и международным стандартам для изделий медицинского назначения.

## 4 ПРОГНОЗИРОВАНИЕ ФИЗИКО-МЕХАНИЧЕСКИХ СВОЙСТВ И ПРОЦЕССОВ РАЗРУШЕНИЯ АРМИРУЮЩЕГО КАРКАСА КОСТНОЙ ТКАНИ

### 4.1 Анализ численных результатов прогнозирования физико-механических свойств ячеистых материалов

#### Формирование исходных данных и свойств материала

Входными данными для численного анализа являлись 3D модели ячеистых конструкций, подготовленные с помощью программного комплекса NX, дальнейший расчет проводился в среде Ansys Workbench. Рассматривались конструкции с диаметрами ячейки  $D$  и перемычки  $d$ , лежащими в диапазонах 1-3 мм и 0,2-0,3 мм соответственно. Так как имплантаты в частном случае имеют конфигурацию с различным количеством ячеек по всем направлениям, для рассмотрения была принята унифицированная конструкция, которая представляла собой массив ячеек  $3*3*3$ , полученный дублированием ячейки Вигнера-Зейтца в пространстве по трем осям  $x$ ,  $y$ ,  $z$  (рисунок 4.1).

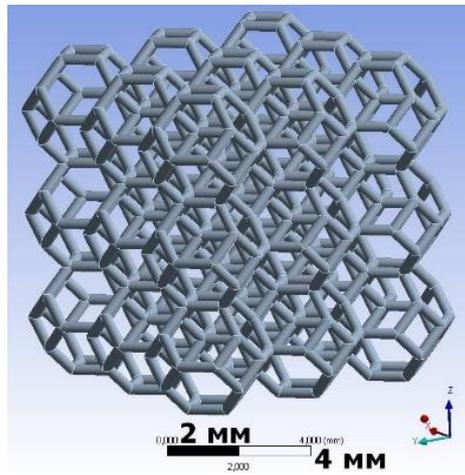
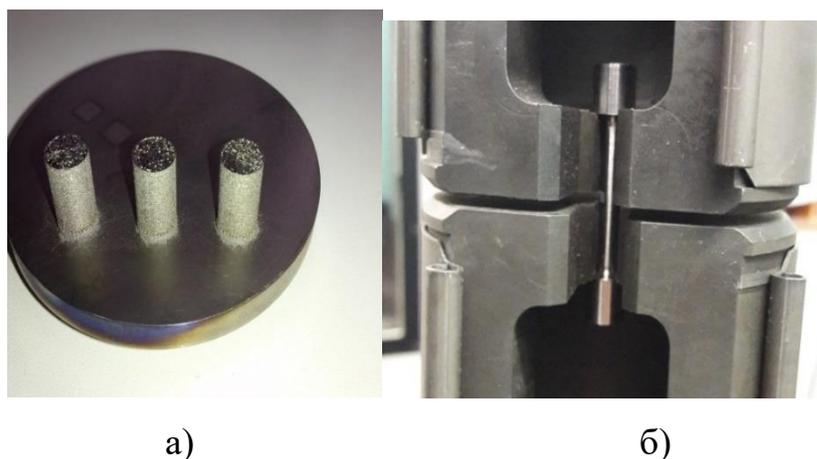


Рисунок 4.1– 3D модель ячеистой структуры

Упругие и прочностные свойства материала решетчатого каркаса, являющиеся исходными данными для численного прогнозирования физико-механических свойств ячеистых материалов, определялись по результатам

механических испытаний на растяжение и сжатие компактных материалов, полученных методом селективного лазерного плавления при мощности  $P=38$  Вт, времени засветки  $t=20$  мкс, расстоянии между точками засветки  $L=5$  мкм (рисунок 4.2). Результаты механических испытаний с помощью установки Instron 5885 компактных титановых образцов представлены в таблице 4.1.



а) образцы, полученные СЛП; б) механические испытания

Рисунок 4.2 – Определение физико – механических свойств титанового сплава Ti6Al4V

Таблица 4.1 – Механические свойства компактных материалов Ti6Al4V, полученных селективным лазерным плавлением

	Предел прочности, МПа	Предел текучести, МПа	Относительное удлинение, %
Результат измерений	1050 – 1200	1180 – 1260	2,5 – 3,5
ASTM F2924	$\geq 825$	$\geq 895$	$\geq 6-10$
ГОСТ Р ИСО 5832-3	$\geq 780$	$\geq 860$	$\geq 8-10$

В качестве исходных данных для прогнозирования физико-механических свойств ВПЯМ использовались следующие значения прочностных и упругих характеристик материала решетчатого каркаса: предел прочности – 1180 МПа,

предел текучести – 1050 МПа, модуль Юнга – 110 ГПа, коэффициент Пуассона – 0,3.

### Математическая постановка задачи

Математическая постановка задачи включает в себя следующие уравнения:

- уравнение равновесия (уравнение статического равновесия внутри области):

$$\operatorname{div} \boldsymbol{\sigma} = 0, \mathbf{x} \in V, \quad (4.1)$$

где  $\boldsymbol{\sigma}(\mathbf{x})$  – тензор напряжений;  $\mathbf{x}$  – радиус – вектор точки;  $V$  – объем пространства, занятый конечно-элементной моделью конструкции, представленной на рисунке 4.1.

- геометрические соотношения Коши:

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \frac{1}{2}(\nabla \mathbf{u} + (\nabla \mathbf{u})^T), \mathbf{x} \in V, \quad (4.2)$$

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

- закон Гука:

$$\boldsymbol{\sigma} = \mathbf{C} \cdot \boldsymbol{\varepsilon}, \mathbf{x} \in V, \quad (4.3)$$

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

- граничные условия в перемещениях:

$$\mathbf{u} = 0, \mathbf{x} \in S_u, \quad (4.4)$$

где  $S_u$  – часть границы с заданными перемещениями;

- граничные условия в напряжениях:

$$\boldsymbol{\sigma} \cdot \mathbf{n} = \mathbf{P}, \mathbf{x} \in S_\sigma, \quad (4.5)$$

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

### Формирование граничных условий

Для получения численного решения формировалась сетка на геометрической модели. Разбиение геометрических моделей конечно-элементной сеткой является основой для решения системы уравнений в матричном виде [120, 121]. Для расчетов была сгенерирована тетраэдрическая сетка с числом элементов на толщину перемычки не меньше 3-х.

В качестве граничных условий Ansys Workbench предполагалась фиксация ячеистого образца посредством жесткой заделки, имитирующей отсутствие перемещений и вращений по 3 осям 36 узловых точек в основании (рисунок 4.3). Нагрузка прикладывалась в противоположном направлении оси Z к 36 узлам в верхней плоскости, компоненты X и Y имели нулевые значения.

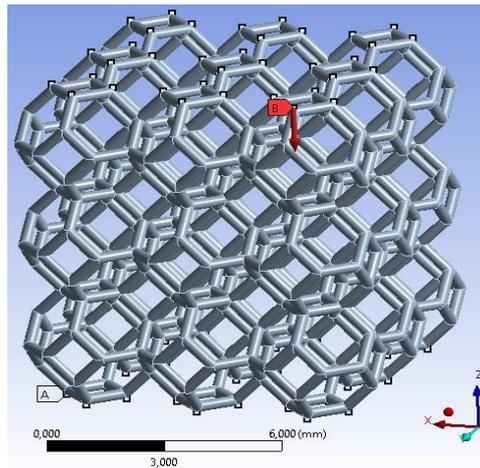


Рисунок 4.3 – Нагрузки и граничные условия ячеистой конструкции

### Результаты расчета напряженно-деформированного состояния конструкции из Ti6Al4V

Результаты расчетов напряженно-деформированного состояния ВПЯМ с диаметром ячеек 3 мм и диаметром перемычек 0,3 мм при внешнем прикладываемом давлении 30 МПа [66], представлены на рисунках 4.4, 4.5.

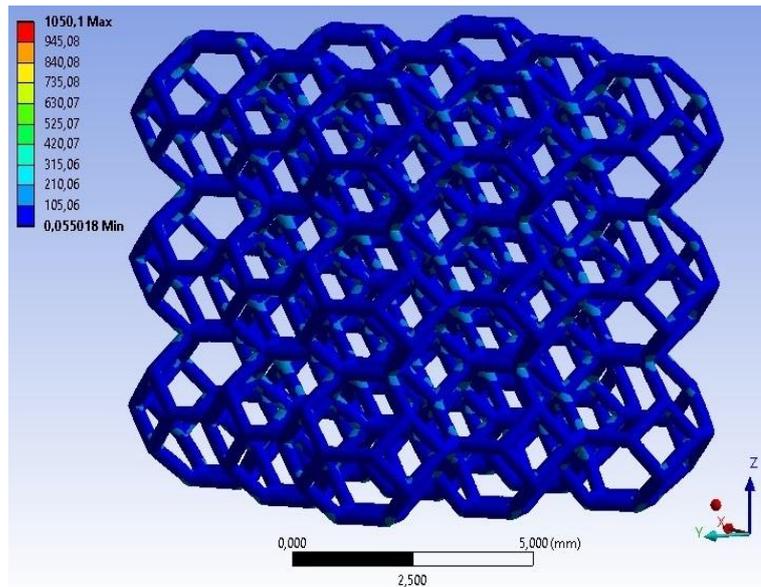


Рисунок 4.4 – Напряжения по Мизесу в элементах конструкции решетчатого каркаса, состоящего из ячеек Вигнера-Зейтца, МПа

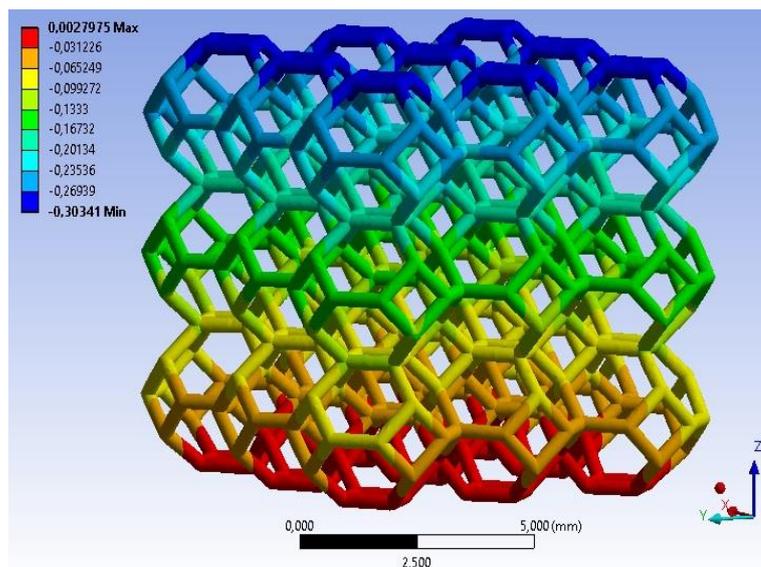


Рисунок 4.5– Перемещения по оси  $z$  в элементах конструкции решетчатого каркаса, состоящего из ячеек Вигнера-Зейтца, мм

Из рисунков 4.4, 4.5 можно предположить, что процесс нагружения конструкции сопровождается тенденцией к увеличению углов между одними парами сопрягающихся в узлах перемычек и уменьшению между другими парами. При этом отдельный узел может одновременно включать пересекающиеся в нем пары перемычек, одни из которых характеризуются тенденцией к увеличению, а

другие – к уменьшению углов между перемычками в процессе приложения внешней нагрузки. При сжатии ячеистой конструкции пара сходящихся в узлах перемычек может быть представлена как кривой брус, у которого при увеличении кривизны в процессе приложения нагрузки сжимающие напряжения возникают с одной стороны от нейтральной линии, а растягивающие – с другой, при уменьшении кривизны знаки напряжений меняются на противоположные.

Максимальные напряжения и деформации наблюдаются в узлах ячеек, так как они воспринимают узловую силу и изгибающий момент, меньшие значения наблюдаются в перемычках.

Для оценки прочности  $\sigma_{\text{В}}^{\text{ВПЯМ}}$  материала в направлении сжатия с учетом стандарта по определению механических характеристик высокопористых металлических материалов ISO 13314:2011 предложено использовать следующее выражение:

$$\sigma_{\text{В}}^{\text{ВПЯМ}} = \left( \frac{F \cdot N}{S} \right)_{\sigma_{\text{ЭКВ max}} = \sigma_{\text{T}}}, \quad (4.6)$$

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;  $\sigma_{\text{T}}$  – предел текучести титанового сплава Ti6Al4V, МПа.

Соотношение (4.6) определяет предел прочности высокопористых металлических материалов как отношение такой внешней сжимающей нагрузки к площади поперечного сечения представительного объема, при которой максимальные эквивалентные напряжения в структурных элементах ВПЯМ достигли предела текучести материала-основы.

Полученные в результате расчета данные о перемещениях плоскости приложения нагрузки в направлении действия внешнего давления использовались для вычисления приведенного модуля упругости конструкции:

$$E_{\text{пр}}^{\text{ВПЯМ}} = \frac{P \cdot h}{\Delta h}, \quad (4.7)$$

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

На рисунке 4.6 показаны зависимости приведенного модуля упругости и предела прочности от пористости и параметров ячеек при внешней нагрузке по оси  $Z$ .

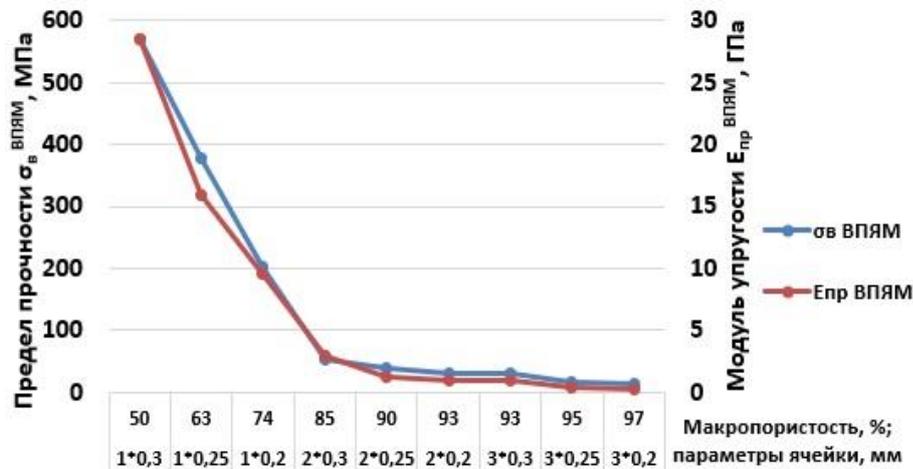


Рисунок 4.6 – Зависимость предела прочности  $\sigma_v^{\text{ВПЯМ}}$  и приведенного модуля упругости  $E_{\text{пр}}^{\text{ВПЯМ}}$  от макропористости и диаметров ячейки  $D$  и перемычки  $d$

## 4.2 Экспериментальное исследование упругих и прочностных свойств высокопористого ячеистого материала на основе Ti6Al4V

Для определения связи экспериментально измеряемых характеристик прочности с геометрической структурой ВПЯМ был проведен эксперимент, исследовалось влияние диаметров ячейки и перемычки на предел прочности при сжатии и модуль упругости. Для определения механических свойств была изготовлена партия ячеистых образцов с размером ячеек 1; 2; 3 мм и диаметром перемычек 0,2; 0,25; 0,3 мм (рисунок 4.7).

Механические испытания проводились на испытательном оборудовании Instron 5885N. На рисунке 4.8 представлена диаграмма деформирования при

сжатию ячеистых образцов с диаметром ячеек 3 мм и диаметром перемычек 0,3 мм, диаграммы для остальных сочетаний диаметров ячейки и перемычки имеют схожий характер.

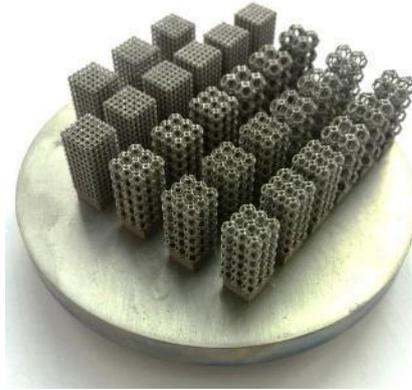


Рисунок 4.7 – Ячеистые образцы, полученные лазерным плавлением для испытаний на сжатие

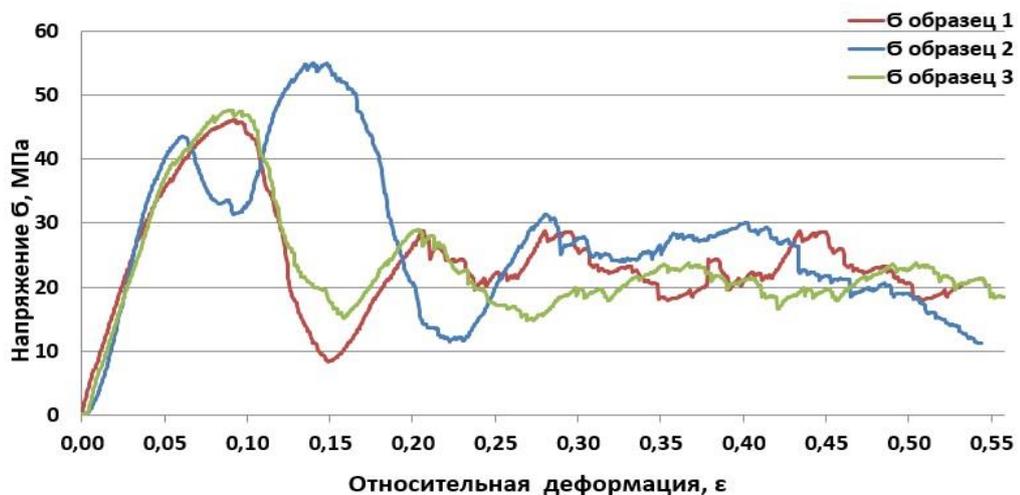


Рисунок 4.8 – Диаграмма деформирования при сжатии образцов с диаметром ячеек 3 мм и диаметром перемычек 0,3 мм

На первом этапе наблюдается увеличение деформации при увеличении нагрузки – область линейной упругой деформации (рисунок 4.8). Затем 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. Каждый из пиков второй области диаграммы предполагает разрушение отдельных перемычек или их слоя, дальнейшая деформация ячеистых образцов сопровождается снижением напряжений. В процессе сжатия внешняя нагрузка компенсируется сопротивлением отдельных блоков перемычек и при их смыкании и уплотнении в течение каждого цикла средней области диаграммы наблюдается увеличение напряжений. 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.

На начальном этапе образцы с диаметрами ячейки 2 и 3 мм деформировались преимущественно в верхней и нижней плоскости с дальнейшим переходом в центральные области конструкции. Разрушение образцов с диаметром ячеек 1 мм происходило в средней части образца под углом  $45^\circ$ , аналогично хрупкому разрушению плотных материалов.

Результаты численного анализа свидетельствуют о том, что наибольшие напряжения и деформации образцов проявляются в узлах. Предполагаемое разрушение узловых элементов конструкции подтверждается СЭМ – изображениями изломов ячеистых образцов после испытаний на сжатие (рисунки 4.9, 4.10).

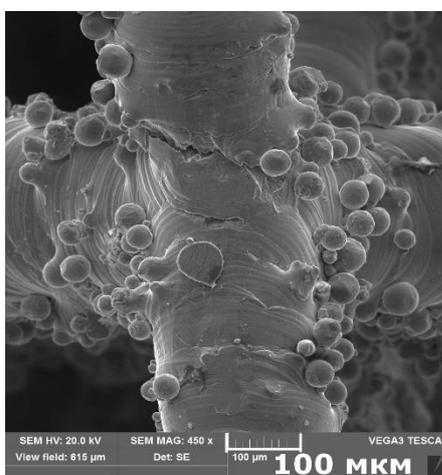
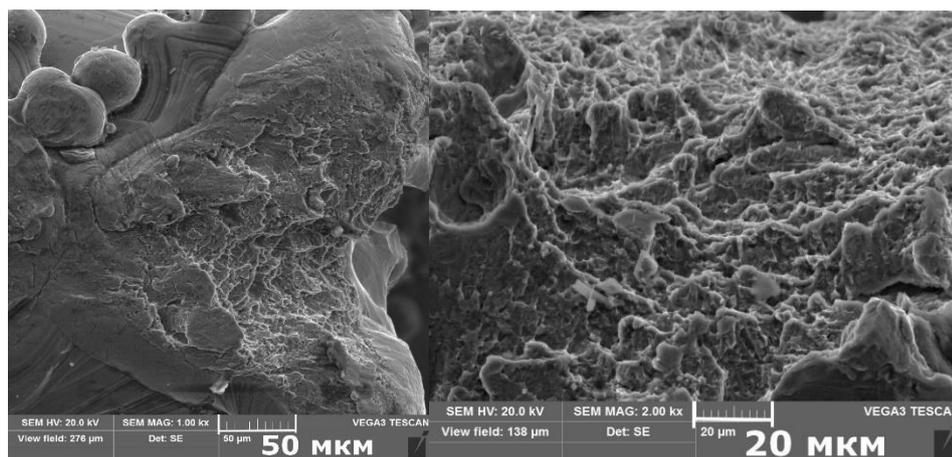


Рисунок 4.9 – Развитие трещины в узле ячеистой конструкции после испытаний на сжатие



а)

б)

а) увеличение 1000 х; б) увеличение 2000 х

Рисунок 4.10 – СЭМ-изображения изломов перемычки

Анализ излома поверхности перемычек показал, что в целом материал имеет гомогенную структуру, нерасплавленных частиц порошка не наблюдается. Материал на изломе образца имеет значительное количество мелких пор, не связанных между собой, которые в основном имеют примерно одинаковый размер 2-4 мкм и сферическую форму, помимо этого наблюдаются единичные трещины с размерами до 20 мкм, характерные для хрупкого разрушения. Также можно отметить единичные поры (ямки) размером 20 мкм в виде кратеров с внутренней слоистой структурой, которые, по-видимому, являются концентраторами напряжений и показывают склонность материала к вязкому разрушению. Поры данного вида соизмеримы с частицами исходного порошка, источником их возникновения также могут являться газовые включения при неполном выходе газа из расплава при высоких скоростях кристаллизации.

Таким образом, можно заключить, что энергии лазерного излучения достаточно для формирования гомогенной структуры и полного проплавления слоев порошкового материала. На перемычках можно отметить границы структурных образований, по которым происходит излом, вид излома – вязкий с локальными элементами хрупкого разрушения.

### 4.3 Анализ соответствия физико-механических свойств ячеистых конструкций свойствам костной ткани

На рисунках 4.11 – 4.12 приведены расчетные и экспериментальные зависимости предела прочности и модуля упругости при сжатии в зависимости от диаметров ячейки  $D$  и перемычки  $d$ , отклонение составляет 5–15%.

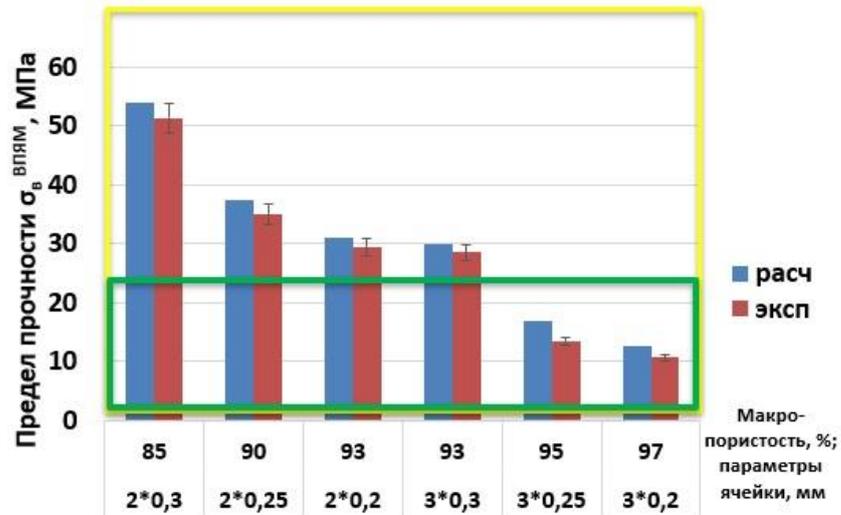


Рисунок 4.11 – Зависимость модуля упругости конструкции  $E_{пр}^{ВПЯМ}$  от макропористости и диаметров ячейки  $D$  и перемычки  $d$  при создании имплантатов

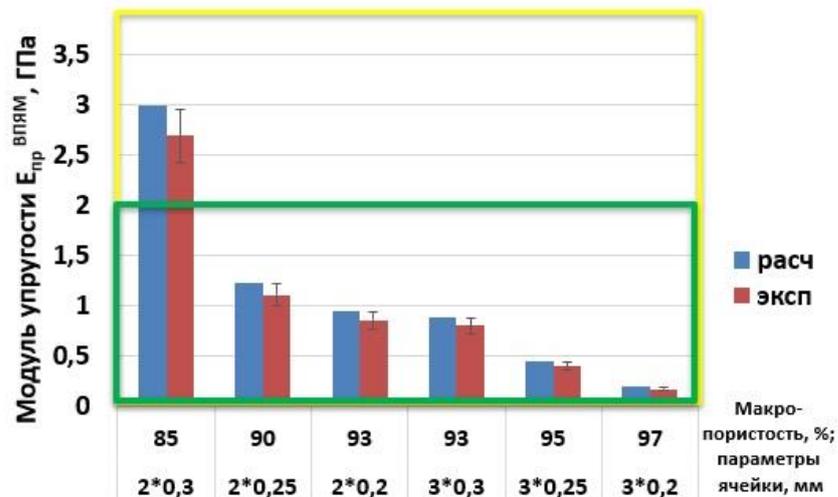


Рисунок 4.12 – Зависимость предела прочности конструкции  $\sigma_{в}^{ВПЯМ}$  от макропористости и диаметров ячейки  $D$  и перемычки  $d$  при создании имплантатов

Средние значения предела прочности трабекулярной кости человека находятся в пределах 1,2 - 80 МПа, модуля упругости - от 0,02 до 4 ГПа (желтая область диаграммы). Для предела прочности трабекулярной составляющей кости челюсти наиболее характерны средние значения прочности 1,2 - 22 МПа, модуля упругости – от 0,02 до 2 ГПа (зеленая область на диаграмме) [61, 64, 73]. Предел прочности ячеистой конструкции должен превышать предел прочности кости, а модуль упругости – соответствовать или быть ниже модуля упругости кости.

Результаты численных расчетов и экспериментальных исследований, представленных на рисунках 4.11 и 4.12 свидетельствуют о том, что разработанные на основе численного моделирования и полученные на основе селективного лазерного плавления ячеистые материалы для имплантатов с диаметрами ячейки 2 и 3 мм макропористостью 0,9-0,97 характеризуются пределом прочности 12,47 –37,5 МПа и модулем упругости 0,19–1,23 ГПа, что соответствует физико-механическим свойствам трабекулярной составляющей костной ткани. Следует отметить, что для напряжений условие соответствия прочностным свойствам костной ткани выполняется для ячеек с диаметром 2 мм и перемычками 0,25 и 0,3 мм, а также для ячеек с диаметром 1 мм. Условие по модулю упругости выполняется для ячеек 2 и 3 мм со всеми диаметрами перемычек.

#### Выводы по главе 4

1. В результате компьютерного моделирования методом конечных элементов разработана расчетная модель ВПЯМ, состоящая из 27 сопряженных между собой ячеек с граничными условиями, предполагающими фиксацию перемещений узлов конструкции в основании и приложение к верхним узлам конструкции сжимающего давления, увеличение которого производится с заданным шагом до момента возникновения в перемычках эквивалентных напряжений, равных пределу текучести компактного сплавленного материала Ti6Al4V.
2. В результате численного моделирования выполнена оптимизация геометрии 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.
3. Методом СЛП изготовлены опытные модельные образцы ячеистого материала из титанового сплава Ti6Al4V с геометрическими параметрами макроструктуры, идентичными характеристикам костной ткани, экспериментально установлено, что прочность и модуль упругости данных материалов соответствует расчетным параметрам, отклонение составляет 5–15%.
4. На основании фрактографических исследований после испытаний образцов на сжатие установлено, что вид излома перемычек ячеистого материала из титанового сплава Ti6Al4V – вязкий с локальными элементами хрупкого разрушения.

## **5 ПРАКТИЧЕСКОЕ ПРИМЕНЕНИЕ ВПЯМ НА ОСНОВЕ ТИТАНА ДЛЯ ИЗГОТОВЛЕНИЯ КОСТНЫХ ИМПЛАНТАТОВ**

Различные виды травм, доброкачественные и злокачественные опухоли, кисты и как следствие обширные оперативные вмешательства приводят к возникновению полных или частичных дефектов челюстей [13,70]. Дефекты челюстно-лицевой области отличаются значительным многообразием, с которым связаны основные трудности реконструктивно – восстановительной [66, 70, 77, 122, 123]. Несмотря на значительные успехи современной медицины, требуются новые методы и технологии лечения.

На основе компьютерной 3D модели образцов с ячеистой структурой Вигнера-Зейтца были подготовлены имплантаты для проведения лабораторных исследований по вживлению. Исследования проводились в несколько этапов:

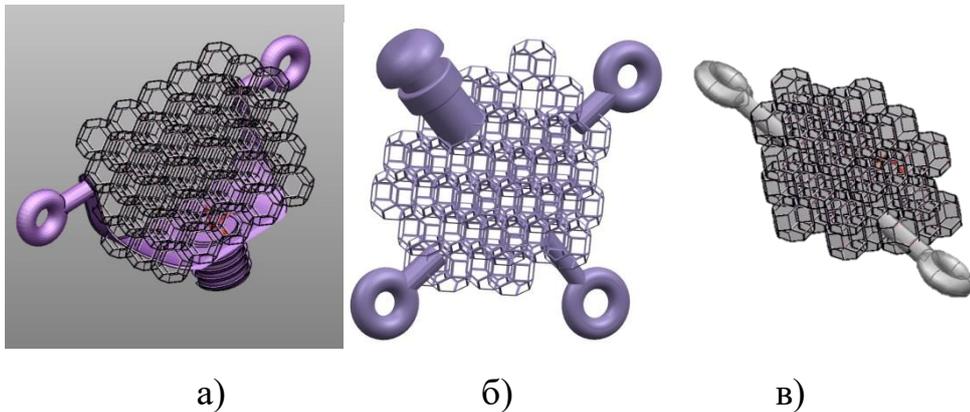
1. разработка конструкции и создание селективным лазерным плавлением имплантата для замещения неполных дефектов нижней челюсти и альвеолярного отростка и имплантата для замещения дефектов челюстей после удаления околокорневых кист;
2. исследование влияния макроструктуры ВПЯМ на механизмы прорастания костной ткани в ячейки имплантатов при их вживлении в область основания хвоста лабораторных животных;
3. вживление ячеистых имплантатов в челюсть лабораторным животным;
4. анализ степени фиксации соединения имплантат – кость.

### **5.1 Разработка конструкций челюстных имплантатов для замещения неполных дефектов нижней челюсти и альвеолярного отростка и имплантата для замещения дефектов челюстей после удаления околокорневых кист**

Компьютерная визуализация дефектов кости проводилась на основе компьютерной томографии области дефекта челюсти с последующим созданием 3D модели, определялся размер распространения дефекта, границы планируемой

резекции, проводилось компьютерное моделирование будущего имплантата с ячеистой структурой, полностью соответствующего дефекту кости. На следующем этапе с помощью программного комплекса Power Shape были подготовлены 3D модели челюстных ячеистых имплантатов, все элементы которых представляли собой твердые и листовые тела [26, 73, 91, 101].

Разработанные на основе массива из элементарных ячеек Вигнера-Зейтца конструкции имплантатов с ячеистой структурой для замещения возникших в результате удаления опухолей, остеомиелических процессов и других поражений неполных костных дефектов челюстей, а также альвеолярных отростков, представлены на рисунке 5.1.

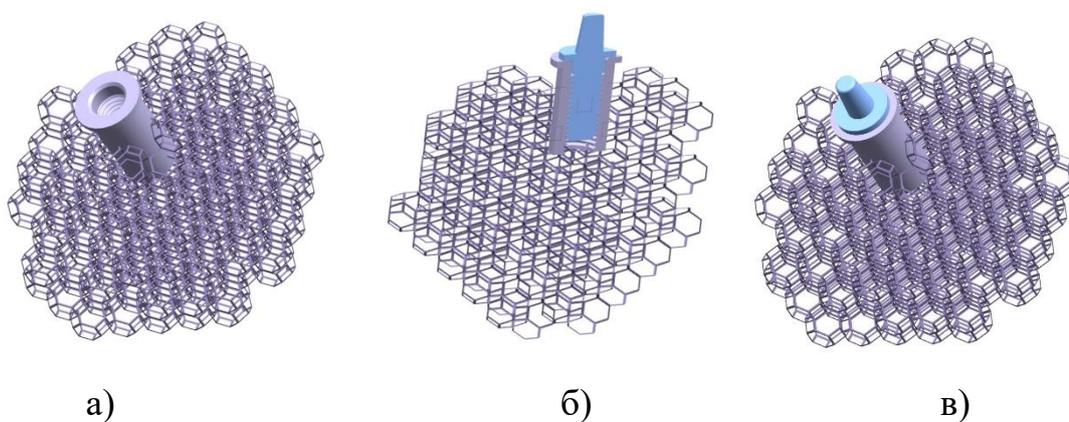


а) конфигурация I с полуаркой; б) конфигурация II с дополнительными элементами крепления; в) конфигурация III с двумя фиксирующими элементами  
Рисунок 5.1 – 3D модели конструкций челюстных имплантатов для замещения неполных дефектов и альвеолярного отростка

На рисунке 5.1.а ячеистая структура оснащена полуаркой, на которой предусмотрен опорный элемент под коронку или мостовидный протез, также имплантат имеет элементы крепления с отверстиями, что позволяет увеличить прочность его фиксации (патент №2581263) [124]. В зависимости от сложности дефекта и степени его распространения может быть использована модифицированная конструкция с различным количеством и расположением фиксирующих элементов (рисунок 5.1 б, в). Конструкция имплантата позволяет

повторять анатомическое строение тела нижней челюсти и альвеолярного отростка, обеспечивать соответствие геометрии имплантата индивидуальным размерам дефекта.

На рисунке 5.2. представлена конструкция имплантата для замещения дефектов верхней и нижней челюстей после удаления околокорневых кист при полном или частичном отсутствии зубов, также разработанная на основе 3D моделирования.



а) конструкция с опорным элементом; б) конструкция в разрезе с зубным имплантом; в) конструкция с опорным элементом с зубным имплантом

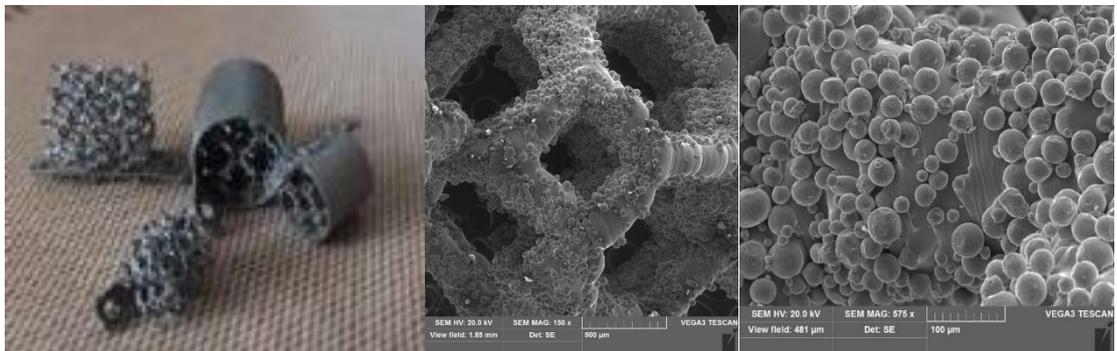
Рисунок 5.2 – 3D модели конструкций челюстных имплантатов для замещения дефектов после удаления околокорневых кист

В ячеистой структуре челюстных имплантатов предусмотрено 3 отверстия для установки и закрепления имплантата, а также полый опорный элемент, который располагается под слизистой оболочкой альвеолярного отростка, предусматривающий возможность дальнейшего протезирования (патент № 2612123) [125].

## 5.2 Влияние макроструктуры ВПЯМ на механизмы прорастания костной ткани в ячейки имплантатов при их вживлении в область основания хвоста лабораторных животных

Ввиду сходности гистологического строения трабекулярной костной составляющей ткани челюстей и позвонков на начальном этапе осуществлялось внедрение имплантатов в область основания хвоста лабораторных животных. 3D модели ячеистых образцов со структурой Вигнера-Зейца были подготовлены с помощью программного комплекса PowerShape. Методом лазерного плавления были получены имплантаты в виде ячеистых блоков, а также трубчатых конструкций, заполненных ячейками (рисунок 5.3а) [26, 101].

Важным аспектом для успешного прорастания костной ткани является развитая поверхность перемычек ячеистого имплантата, которая увеличивает площадь контакта новообразованной костной ткани с поверхностью имплантата. Структурные элементы полученных ячеистых образцов характеризуются развитой поверхностью, высокой шероховатостью, что способствует биологической фиксации имплантата и адгезии прорастающей костной ткани с поверхностью перемычек имплантата (рисунок 5.3 б, в). Наличие единичных поверхностных пор, имеющих на поверхности перемычек, также положительно сказывается при вживлении имплантатов для закрепления костных клеток [26].



а)

б)

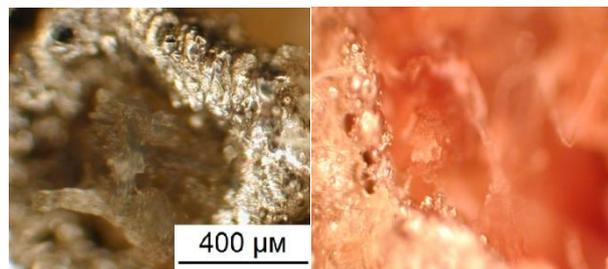
в)

а) ячеистые конструкции; б) поверхность макроструктурных элементов ячейки (x150); в) перемычка ячейки (x1000)

Рисунок 5.3 – Ячеистые имплантаты

Образцы имплантатов подсаживались беспородным белым крысам и фиксировались у основания хвоста, который является продолжением позвоночного столба. В зависимости от диаметра ячеек 1, 2, 3 мм используемых для вживления имплантатов, лабораторные животные были разделены на 3 группы [26]. Послеоперационный период у лабораторных животных протекал без серьезных осложнений. Результаты наблюдения за животными свидетельствовали о том, что животные активны, температурная реакция в норме, аппетит не нарушен. Местных осложнений при заживлении операционных ран не регистрировалось, в области вживления на коже визуализируются тонкие рубцы розового цвета, отторжения имплантатов не наблюдается [26].

Характеристики и процессы формирования костной ткани в ячейках имплантатов исследовались после выведения лабораторных животных из эксперимента через 2 недели, 3 и 6 месяцев. На всех этапах осуществлялся забор новообразованных тканей и костной структуры вместе с имплантатом, после специальной подготовки образцов исследования проводились с помощью оптического микроскопа Olympus GX51 (рисунок 5.4).



а)

б)

а) срок 2 недели; б) срок 6 месяцев

Рисунок 5.4 –Этапы формирования костной ткани в ячейках с диаметром 1 мм

Установлено, что спустя 2 недели соединительная ткань представляла собой незрелую фиброзную ткань и формировалась от периферических отделов к центральному, захватывая перемычки ячеистой конструкции. Ячейки с диаметрами 1 мм были заполнены на 2/3, ячейки с диаметрами 2 мм – полностью,

также были выявлены инфильтраты с преобладанием лимфоцитов и макрофагов. Ячейки 3 мм были полностью заполнены фиброзной тканью, таким образом, можно отметить, что во всех ячейках начались процессы формирования остеобластов. Аналогичные результаты для углерод-углеродных композитных мелкопористых имплантатов удастся достичь лишь спустя 3-4 месяца и только к 6 месяцам процессы костеобразования в них становятся достаточно выраженными [18, 26].

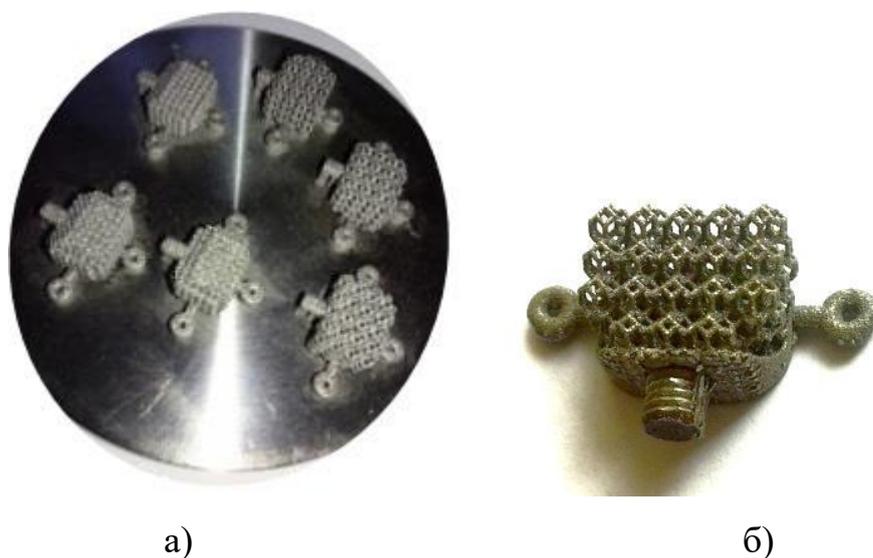
Через 3 месяца во всех трех типах ячеистых имплантатов обнаружено формирование однородной общей капсулы, состоящей преимущественно из плотной соединительной ткани, однако в ячейках с диаметром 1 мм выявлены общая капсула с мышечно-волокнистыми структурами и пронизывающие ячейки имплантата волокна рыхлой соединительной ткани с мелкими сосудами. В ячейках с диаметром 2 мм в общей капсуле наряду с соединительной тканью отмечается мышечная и жировая ткань, которую пронизывает однородная соединительная ткань и крупные сосуды. В общей капсуле из ячеек диаметром 3 мм выявлены грубоволокнистая костная и жировая ткань, которую пронизывает достаточно плотная соединительная ткань с единичными участками грубоволокнистой костной ткани и крупные сосуды (приложение А).

Исследования позволили установить влияние размера ячеек на механизмы прорастания костной ткани в ячейки имплантата. Через 6 месяцев все три типоразмера ячеек были заполнены грубоволокнистой биологической тканью с разной степенью развития: в ячейках 1 мм – незрелой, в ячейках 2 и 3 мм – сформированной с единичными включениями пластинчатой костной ткани.

Анализ состояния лабораторных животных на протяжении полугода показал, что увеличение размера ячейки ускоряет процесс прорастания костной ткани в имплантируемое изделие. Также можно отметить, что ячейки одинакового диаметра с меньшей толщиной перемычек и соответственно большей пористостью также характеризуются более быстрым прорастанием и формированием костной ткани в объемах материала по сравнению с более плотными структурами аналогичного размера ячеек [26].

### 5.3 Исследование вживления челюстного ячеистого имплантата лабораторным животным

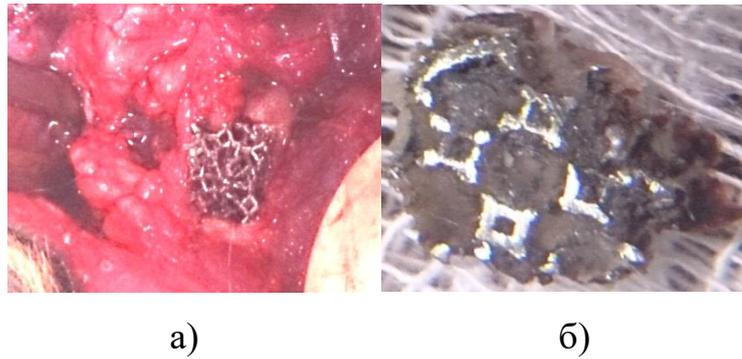
На следующем этапе была подготовлена 3D модель челюстного имплантата, состоящего из элементарных ячеек Вигнера-Зейтца с диаметрами  $D=1-3$  мм и размерами перемычек  $d=0,2-0,3$  мм, с элементами крепления. Методом селективного лазерного плавления была изготовлена партия ячеистых имплантатов двух типоразмеров (рисунок 5.5), которые вживлялись в искусственно произведенный дефект нижней челюсти морским свинкам и беспородным белым крысам (рисунок 5.6) [26, 73, 74, 101].



- а) имплантаты с размером ячеек 1, 2 мм с дополнительным элементом крепления;  
б) имплантат с размером ячеек 3 мм

Рисунок 5.5 – Челюстные ячеистые имплантаты, полученные методом селективного лазерного плавления

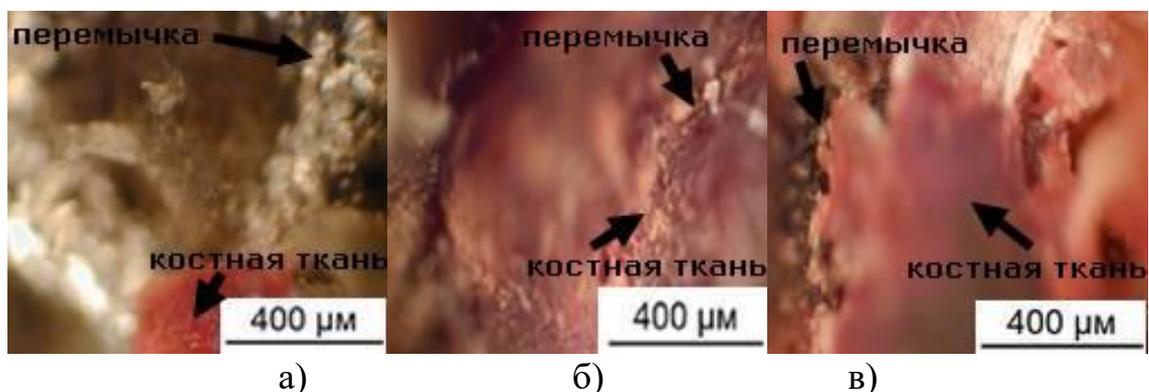
Животных выводили из эксперимента через 2 недели, 4 и 9 месяцев, после чего исследовались новообразованные ткани в ячейках имплантата, а также костная структура вместе с имплантатом для определения степени фиксации, анализ проводился в зависимости от диаметров ячеек 1, 2, 3 мм (рисунок 5.6 б).



а) вживление ячеистой конструкции; б) ячейки, заполненные костной тканью

Рисунок 5.6 – Вживление челюстного ячеистого имплантата

Через 14 дней после вживления общее состояние животных находилось в пределах нормы: животные активны, температура и аппетит в норме, присутствовала однородная инфильтрация жевательной мышцы ярко розового цвета. Всю поверхность челюсти и имплантата закрывала утолщенная надкостница, при рассечении которой на ячейках имплантата выявлен тонкий слой соединительной ткани темного цвета. Костная структура, прилегающая к имплантату, находилась без изменений. На основании проведенного анализа полученных образцов с помощью оптического микроскопа Olympus GX51 установлено, что спустя 2 недели в ячейках с диаметрами 1 мм незрелая фиброзная ткань преобладает в периферических отделах, на перемычках только начинается ее формирование в виде тонких слоев, в центральных отделах – отсутствует (рисунок 5.7).



а)  $D = 1$  мм;  $d=0,2$ мм; б)  $D = 2$  мм;  $d=0,25$  мм; в)  $D = 3$  мм;  $d=0,3$  мм

Рисунок 5.7 – Формирование биологической ткани в ячейках имплантатов

Через 4 месяца наблюдалась незначительная однородная инфильтрация жевательной мышцы светло розового цвета. Надкостница также сохраняла утолщение и закрывала поверхность челюсти целиком с имплантатом. При рассмотрении внутренней структуры, окружающей имплантат, выявлены соединительная ткань темного цвета и однородная костная ткань белесоватого цвета. В ячейках с диаметром 1 мм (в группе 1) происходит заполнение пустующих центральных отделов ячейки фиброзной тканью, в отдельных образцах присутствуют участки рыхлой соединительной ткани, во внешних отделах формируется костно-фиброзный регенерат. Ячейки диаметром 2 мм заполнены соединительной тканью с отдельными участками пластинчатой костной ткани. Центральные отделы ячейки с диаметром 3 мм заполнены плотной соединительной тканью, а перемишки и внешние области грубоволокнистой и пластинчатой тканью с отдельными участками соединительной ткани и крупными сосудами.

Спустя 9 месяцев на месте инфильтрации визуализировались тонкий свежий рубец, окруженный волосяным покровом, а также надкостница с утолщением без изменений. После имплантации ячейки с диаметром 1 мм (в группе 1) totally заполнены незрелой и сформированной грубоволокнистой тканью, с отдельными участками пластинчатой костной ткани. Ячейки 2 и 3 мм полностью заполнены пластинчатой костной тканью, на границах перемишек наблюдается соединительная и грубоволокнистая ткань [13, 73]. Наблюдается увеличение объема костных пластинок в пластинчатой ткани, формирование в костномозговых полостях сосудов и клеток крови, развитие остеонов (приложение А).

Ячеистые имплантаты окружены общей капсулой в виде полусферы, которую составляет сформировавшаяся фиброзная ткань с незначительным количеством инфильтратов с преобладанием лимфоцитов и макрофагов, к которой с разных сторон примыкают пластинчатая и мышечная ткань (приложение А). В целом наибольший относительный объем новообразованной костной ткани наблюдается в ячейках 3 мм, где процессы оссификации, при

которых формируются костные трабекулы, начинаются раньше, тем самым обеспечивает большую жесткость и стабильность структуры.

Таким образом, проведенный комплекс исследований по вживлению имплантатов свидетельствует о том, что активные процессы прорастания тканей в ячейки обнаружены через 2 недели после вживления, однако имеются различия в объеме и типах заполняющих тканей в зависимости от размеров ячейки. В ячейках с диаметрами 2 и 3 мм процессы прорастания и формирования костной ткани начинаются значительно раньше, чем в ячейках 1 мм. При использовании ячеистых имплантатов с размерами ячеек от 1 до 3 мм происходят активные процессы остеосинтеза, которые завершаются формированием пластинчатой костной ткани внутри ячеек имплантатов через 9 месяцев после вживления.

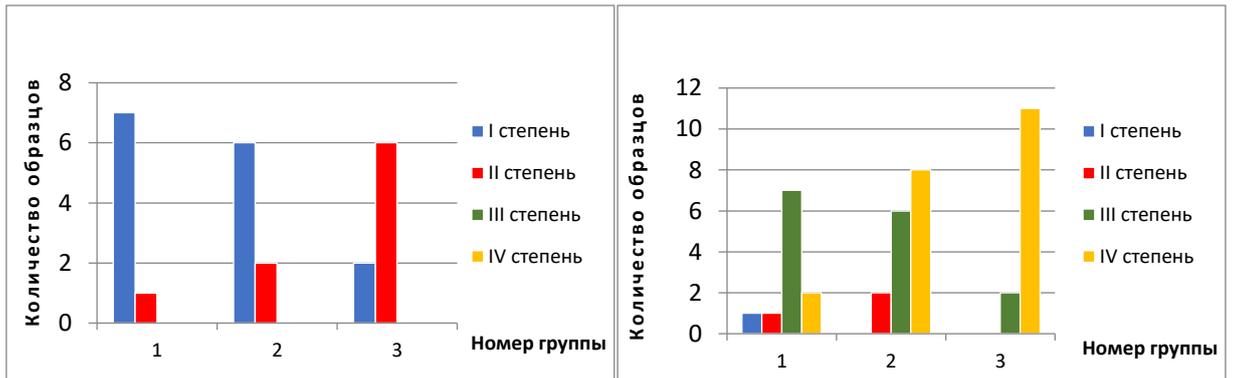
#### **5.4 Анализ степени фиксации соединения имплантат – кость**

Для исследования влияния макрогеометрии ячеек ВПЯМ на кинетику прорастания костной ткани в имплантируемое изделие полученные образцы с диаметрами ячеек от 1 до 3 мм разделялись на группы – 1–3 группы соответственно. На сроках имплантации от 2 недель до 9 месяцев для 3 групп определялись степени фиксации имплантатов и кости, для которых вводились обозначения: I степень фиксации – легкое отделение имплантата от кости, II степень – с небольшим усилием, III степень – отделение со значительным усилием, IV – отделение проводилось путем распиливания (рисунок 5.8) [126].

Через 2 недели после имплантации I степень фиксации выявлена у 62% образцов, в которых преобладали образцы из 1 и 2 группы, II – у 38%, основу которой составляли имплантаты 3 группы. Таким образом, процессы формирования тканей в ячейках имплантата и вокруг него начинаются быстрее в ячейках, имеющих увеличенные размеры.

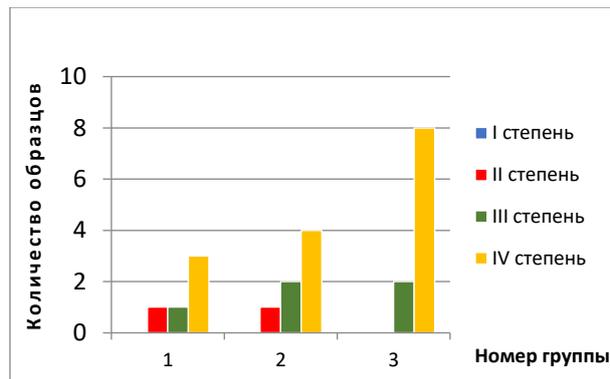
Спустя 4 месяца I и II степени фиксации характерны для незначительной части образцов – менее 10%, большинство образцов характеризуется III и IV степенями – 38% и 53% соответственно. III степень в основном составляют

имплантаты 1 и 2 групп с пористостью 0,4–0,85, IV степень – 2 и 3 групп с пористостью 0,9 – 0,97. Таким образом, результаты исследований свидетельствуют об активном формировании соединительной ткани, при этом увеличение размера ячейки и уменьшение толщины перемычки способствуют увеличению ее плотности и объема, повышает прочность сцепления.



а)

б)



в)

а) 2 недели; б) 4 месяца; в) 9 месяцев

Рисунок 5.8– Степени фиксации имплантатов на различных сроках после ВЖИВЛЕНИЯ

Через 9 месяцев I степень фиксации не была выявлена, в основном преобладала IV степень (68%), которая была характерна для всех 3-х групп имплантатов, что говорит о заключительных стадиях и завершении процесса формирования костной ткани в ячейках имплантата и вокруг него [126].

На всех этапах эксперимента местная и общая реакция находились в пределах нормы, отторжения ячеистых имплантационных материалов не наблюдалось.

Через 9 месяцев все ячейки были заполнены костной тканью, с различной степенью фиксации. Создание ячеистых материалов с регулируемой структурой и результаты вживления имплантатов позволяют сделать вывод, что положительному результату процесса имплантации способствуют не только вид материала имплантата, но и его конструкция и макроструктура. Таким образом, высокопористая ячеистая структура способствует более быстрому прорастанию костной ткани в имплантируемое изделие, при увеличении размера ячейки с 1 до 3 мм срок приживления сокращается в 3 раза.

В зависимости от сложности дефекта и степени его распространения, типа замещающей конструкции, размеров ячейки и соответственно скорости прорастания костной ткани [73, 116, 126], предела прочности и модуля упругости возможны различные способы применения ячеистых имплантатов. Имплантаты с ячейками 3 мм с макропористостью 95 – 97% рекомендуется использовать для замещения полостей после удаления околокорневых кист. Для замещения полных и частичных дефектов рекомендуется использовать имплантаты с размером ячейки 2 и 3 мм с макропористостью 90 – 95 %.

### **Выводы по главе 5**

1. Активные процессы прорастания тканей в ячейки имплантатов обнаружены через 2 недели после вживления, однако имеются существенные различия в объеме и типах заполняющих тканей в зависимости от размеров ячейки. Легкая степень фиксации имплантата выявлена у 62% образцов с диаметрами ячеек 1 – 2 мм, 38% образцов с диаметром преимущественно 3мм сопровождались степенью фиксации, предполагающей легкое отделение имплантата от костной ткани и отделение с небольшим усилием.
2. В ячейках с диаметрами 2 и 3 мм процессы прорастания и формирования костной ткани начинаются значительно раньше, чем в ячейках с диаметром 1 мм,

увеличение размера ячейки и уменьшение толщины перемычки положительно влияют на процессы регенерации костной ткани, увеличивают степень фиксации и обеспечивают прочность сцепления.

3. Активная фаза формирования костной ткани с увеличением ее плотности и объема в заполненных ячейках начинается в сроки от 4 до 9 месяцев, в течение которых образцы со степенью фиксации, предполагающей легкое отделение имплантата от костной ткани и отделение с небольшим усилием, составляют менее 10%, 38% образцов с диаметрами ячеек 1–2 мм и пористостью 0,5–0,85 предполагает для отделения имплантата от костной ткани приложение значительного усилия, 53% образцов с диаметрами ячеек 2–3мм и пористостью 0,9–0,97 характеризуются максимальной IV степенью фиксации имплантатов, предполагающей отделение имплантата от костной ткани путем распиливания.

4. При использовании ячеистых имплантатов с размерами ячеек от 1 до 3 мм происходят активные процессы остеосинтеза, которые завершаются формированием пластинчатой костной ткани внутри ячеек имплантатов через 9 месяцев после вживления, при этом 68% образцов характеризуются максимальной степенью фиксации имплантатов

5. Имплантаты с ячейками 3 мм с макропористостью 95 – 97% рекомендуется использовать для замещения полостей после удаления околокорневых кист. Для замещения полных и частичных дефектов рекомендуется использовать имплантаты с размером ячейки 2 и 3 мм с макропористостью 90 – 95 %.

## 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 видманштеттенову 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 приживления составили 4–9 месяцев, образцы с диаметрами ячеек 2–3 мм и макропористостью 90–97% характеризуются максимальной IV степенью фиксации имплантатов.

**СПИСОК СОКРАЩЕНИЙ И УСЛОВНЫХ ОБОЗНАЧЕНИЙ**

ВПЯМ – высокопористые ячеистые материалы

ППУ – пенополиуретан

СЛП – селективное лазерное плавление

ЗП – зона проплавления

ПФЭ – полный факторный эксперимент

МКЭ – метод конечных элементов

ОКР – область когерентного рассеивания

## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Анциферов, В.Н. Высокопористые ячеистые материалы/ В.Н. Анциферов, С.Е. Порозова. – Пермь: Изд-во Перм. гос. техн. ун-та, 1996. – 207 с.
2. Анциферов, В.Н. Высокопористые ячеистые керамические материалы/ В.Н. Анциферов, В.И. Овчинников, С.Е. Порозова, И.В. Федорова // Стекло и керамика. – 1986. – № 9. – С.18 – 20.
3. Фиговский, О.Л. Золь-гель технология пористых композитов/ О.Л. Фиговский, П.Г. Кудрявцев. – Издательство: LAP LAMBERT Academic PublisDing, 2015. – 476 с.
4. Третьяков, А.Ф. Методика проектирования технологических процессов изготовления изделий из пористых материалов с заданными свойствами/ А.Ф. Третьяков// Инженерный журнал: наука и инновации. – 2017. – № 2. – С.1 – 15.
5. Красный, Б.Л. Исследование влияния химического состава алюмосиликатной связки на физико-технические свойства пористой проницаемой керамики/ Б.Л. Красный, В.П. Тарасовский, А.Б. Красный// Новые огнеупоры. – 2011. – № 11. – С. 41 – 44.
6. Нечаев, В.Г. Прогнозирование механических свойств высокопористых ячеистых материалов: автореф. дис. ... канд. техн. наук: 05.16.06/ Нечаев Владимир Георгиевич. – Тюмень, 1995. – 18 с.
7. Plessis, A. Numerical comparison of lattice unit cell designs for medical implants by additive manufacturing/ A. Plessis, I. Yadroitsava, I. Yadroitsev, SG. Roux, DC. Blaine// Virtual and Physical Prototyping. – 2018. – Vol.13(4). – P. 266 – 218.
8. Кузнецова, Д.С. Костные имплантаты на основе скаффолдов и клеточных систем в тканевой инженерии (Обзор)/ Д.С. Кузнецова, П.С. Тимашев, В.Н. Баграташвили, Е.В. Загайнова// Современные технологии в медицине. – 2014. – Т. 6. – № 4. – С. 201–212.
9. Mazzoli, A. Selective laser sintering in biomedical engineering/ A. Mazzoli// Medical & Biological Engineering & Computing. – 2013. – Vol. 51(3). – P. 245–256.

10. Сафронова, Т.В. Медицинское неорганическое материаловедение в России: кальций фосфатные материалы/ Т.В. Сафронова, В.И. Путляев// Наносистемы: физика, химия, математика. – 2013. – №4 (1). – С. 24 – 47.
11. Gibson, I. Additive manufacturing technologies. Rapid prototyping to direct digital manufacturing/ I. Gibson, D.W Rosen, B. Stucker. – New York, USA: Springer, 2009. – 459 p.
12. Murr, L.E. Next-generation biomedical implants using additive manufacturing of complex, cellular and functional mesh arrays/ L. E. Murr, S. M. Gaytan, F. Medina, H. Lopez, E. Martinez et. al // Philos. Trans. – 2010. – Vol. 368(1917). – P. 1999 – 2032.
13. Василюк, В.П. Использование аддитивных технологий при восстановлении дефектов лицевого скелета/ В.П. Василюк, Г.И. Штраубе, В.А. Четвертных // Пермский медицинский журнал. – 2013. – Том 30. – № 3. – С. 60 – 65.
14. Гуров, А.А. Формирование фазового состава, микроструктуры и поверхности функциональных материалов при консолидации нанопорошка диоксида титана: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.06/ Гуров Александр Алексеевич. – Пермь, 2018. – 122 с.
15. Башкирцев, Г.А. Разработка и получение шликерным методом высокопористого проницаемого ячеистого жаростойкого сплава: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.06/ Башкирцев Григорий Владимирович. – Пермь, 2009. – 103 с.
16. Тимофеев, П.А. Формирование матриц композиционных материалов из карбидов, нитридов, боридов кремния методом пиролиза полимерных прекурсоров: дис. ... канд. техн. наук: 05.16.06/ Тимофеев Павел Анатольевич. – М., 2017. – 126 с.
17. Ёе, А.М. Прочная пористая проницаемая керамика на основе электроплавленного корунда: дис. ... канд. техн. наук: 05.17.11/ Ёе Аунг Мин. — М., 2018. – 149 с.
18. Штраубе, Г.И. Применение имплантатов из углерода в челюстно-лицевой хирургии (клинико-экспериментальное исследование): дис. ... д-ра мед. наук/ Штраубе Галина Ивановна. – Пермь, 2001. – 227 с.

19. Назаров, А.П. Разработка технологического процесса изготовления сложнопрофильных деталей из жаропрочного кобальтового сплава методом селективного лазерного плавления: дис. ... канд. техн. наук: 05.02.07/ Назаров Алексей Петрович. – М., 2013. – 139 с.
20. Шишковский, И.В. Основы аддитивных технологий высокого разрешения/ И.В. Шишковский. – СПб.: Питер, 2016, – 400 с.
21. Зленко, М.А. Аддитивные технологии в машиностроении: пособие для инженеров / М.А.Зленко, М.В. Нагайцев, В.М. Довбыш – М. ГНЦ РФ ФГУП «НАМИ», 2015. – 220 с.
22. Назаров, А.П. Перспективы быстрого прототипирования методом селективного лазерного плавления/спекания/ Назаров А.П. // Вестник МГТУ «Станкин». – 2011. – № 4(16). – С. 46 – 51.
23. Рудской, А.И. Аддитивные технологии: учебное пособие/ А.И. Рудской, А.А. Попович, А.В. Григорьев, Д.Е. Каледина. – Санкт-Петербург: Изд-во Политехнического ун-та, 2017. – 251 с.
24. Gibson, I. Additive Manufacturing Technologies: rapid prototyping to direct digital manufacturing/ I. Gibson, D.W Rosen, B. Stucker. – New York, USA: Springer, 2010. –459 p.
25. Dawes, J. Introduction to the Additive Manufacturing Powder Metallurgy Supply Chain / J. Dawes, R. Bowerman, R. Trepleton// Johnson Matthey Technol. Rev. – 2015. – Vol. 59. – № 3. – P. 243 – 256.
26. 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 (BBRA). –2015.– Vol. 12. – Iss. 2. – P. 1691-1698.
27. Акименко, В.Б. Состав, структура и свойства железных и легированных порошков/ В.Б. Акименко, В.Я. Буланов, И.А. Гуляев. – Екатеринбург: Наука, 1996. – 350 с.

28. Либенсон, Г.А. Процессы порошковой металлургии в 2-х т. Т.1. Производство металлических порошков: учебник для вузов / Г.А. Либенсон, В.Ю. Лопатин, Г.В. Комарницкий. – М.: МИСиС, 2001. – 368 с.
29. 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.
30. ГОСТ Р 57556-2017 Материалы для аддитивных технологических процессов. Методы контроля и испытаний. М.: Стандартиформ, 2017. – 11 с.
31. Person, F. Prediction of particle size for water atomized metal powders: Parameter study/ F. Person // Powder Metallurgy. – 2012. – Vol. 55(1). – P. 45 – 53.
32. McCracken, C. Production of fine titanium powders via the Hydride-Dehydride (HDH) process/ C. McCracken, D. Barbis // Powder Injection Moulding Int. – 2008. – Vol. 2(2). – P. 55 – 57.
33. Сотов, А. В. Исследование морфологии поверхности частиц металлических порошков для технологии селективного лазерного спекания/ А.В. Сотов, А.В. Агаповичев, М.А. Красков, Р.А. Вдовин, В.Г. Смелов// XIII Королёвские чтения: Международная молодёжная научная конференция, Самара, 6-8 октября 2015 года: Тезисы докладов, Т.1. Самара: Издательство СГАУ. – 2015. – С. 245 – 246.
34. Ильин, А.П. Диагностика нанопорошков и наноматериалов: учеб. пособие/ А. П Ильин. – Томск: Издательство Томского политехнического университета, 2008. – 249 с.
35. Шишковский, И. В. Лазерный синтез функционально-градиентных мезоструктур и объемных изделий/ И.В. Шишковский. – М.: Физматлит, 2009. – 422 с.
36. Yadroitsev, I. Surface Morphology in Selective Laser Melting of Metal Powders/ I. Yadroitsev, I. Smurov // Physics Procedia. – 2011. – Vol.12. – P. 264 –270.
37. Yadroitsev, I. Selective laser melting technology: From the single laser melted track stability to 3D parts of complex shape/ I. Yadroitsev, I. Smurov // Physics Procedia. – 2010. – Vol.5. – P. 551 – 560.

38. Ночовная, Н.А. Пожаробезопасные титановые сплавы и особенности их применения/ Н.А. Ночовная, Е. Б. Алексеев, А.Ю. Изотова, А.В. Новак// Титан. – 2012. – № 4(38). – С. 42 – 46.
39. Кривилев, М.Д. Управление лазерным спеканием металлических порошковых смесей / М.Д. Кривилев, Е.В. Харанжевский, Г.А. Гордеев, В.Е. Анкудинов//Управление большими системами (раздел Управление техническими системами и технологическими процессами). – 2010. – № 31. – С. 299 – 322.
40. Сапрыкина, Н.А. Исследование факторов, влияющих на качество поверхности, полученной лазерным спеканием/ Н.А. Сапрыкина, А.А. Сапрыкин, Д.А. Шигаев// Обработка металлов материалы конференции. – 2011. – №4(53). – С.78 – 82.
41. Yadroitsev I. Parametric analysis of the selective laser melting process/ I. Yadroitsev, Ph. Bertrand, I. Smurov // Applied Surface Science. – 2007. –Vol. 253. – P. 8064 – 8069
42. Байтимеров, Р.М. Сафонов Е.В. Влияние параметров селективного лазерного сплавления на пористость образцов из сплава TiAl6V4/ Р.М. Байтимеров, Л.В. Радионова, Е.В.Сафонов// Машиностроение: сетевой электронный научный журнал. – 2017. – Том 5. – №4. С. 41 – 45.
43. Xu Y. Study on Topology Optimization Design, Manufacturability, and Performance Evaluation of Ti-6Al-4V Porous Structures Fabricated by Selective Laser Melting (SLM)/ Y. Xu, D. Zhang , Y. Zhou, W. Wangand, X. Cao// Materials. – 2017. – Vol. 10(9). – P. 1048.
44. Байтимеров, Р.М. Определение оптимальных параметров селективного лазерного сплавления титанового сплава TiAl6V4 углекислотным лазером / Р.М. Байтимеров, П.А. Лыков, Л.В. Радионова, Е.В. Сафонов// Вестник ЮУрГУ. – 2017. – Т. 17. – № 3. – С. 36 – 40.
45. Сапрыкина, Н.А. Совершенствование технологии формирования поверхностного слоя изделий, полученных послойным лазерным спеканием: дис. ... канд. техн. наук: 05.02.07/ Сапрыкина Наталья Анатольевна. – Тюмень, 2013. – 164 с.

46. Moletsane, M.G. Tensile properties and microstructure of direct metal laser-sintered Ti6Al4V (ELI) alloy/ M.G. Moletsane, P. Krakhmalev, N. Kazantseva, A. Plessis, I. Yadroitsava, I. Yadroitsev// South African Journal of Industrial Engineering. Special Edition. – 2016. – Vol. 27(3). – P. 110 – 121.
47. Popovich, A. Additive manufacturing of individual implants from titanium alloy /A.Popovich, V.Sufiiarov, E.Borisov и др.// METAL 2016 - 25th Anniversary International Conference on Metallurgy and Materials, Conference Proceedings. – 2016. – P. 659–663.
48. Oyar, P. Laser Sintering Technology and Balling Phenomenon/ P. Oyar// Photomedicine and Laser Surgery. – 2018. – Vol. 36(2). – P. 72 – 77.
49. Лаптева, М.А. Исследование зависимости шероховатости, морфологии поверхности и количества дефектов структуры от мощности лазера, скорости сканирования и типа штриховки в жаропрочном сплаве, синтезированном методом СЛС/ М.А. Лаптева, Н.А. Белова, А.Н. Раевских, Е.В. Филонова// Труды ВИАМ. – 2016. – №9(45). С. 73 – 84.
50. Kruth, J.P. Selective laser melting of iron-based powder/ J.P. Kruth, L. Froyen, J. Van Vaerenbergh, P. Mercelis, M. Rombouts, B. Lauwers// Journal of Materials Processing Technology. – 2004. – №149. – С. 616–622.
51. Sufiiarov, V.Sh. The effect of layer thickness at selective laser melting V.Sh. Sufiiarov, A.A.Popovich, E.V. Borisov et al. // Procedia engineering. – 2017. – Т. 174. – С. 126–134.
52. Дрелих, И.В. Влияние стратегии SLS-спекания на качество получаемого изделия/ И.В. Дрелих, Е.А. Ибрагимов// Поколение будущего: Взгляд молодых ученых: международная молодежная научная конференция. – 2013. – Т. 6. – С. 98 – 101.
53. Котобан, Д.В. Влияние стратегии сканирования на температуру в зоне обработки/ Д.В. Котобан, И.В. Жирнов, К.Э. Протасов, С.Г. Конов// Вестник МГТУ «Станкин». – 2016. – № 4 (39). – С. 63 – 66.
54. Волосова, М.А. Пути оптимизации процесса селективного лазерного сплавления при помощи выбора стратегии обработки лазерным лучом/ М.А.

Волосова, А.А. Окунькова//Известия Самарского научного центра Российской академии наук. – 2012. – Т.14. – №4(2). С. 587–591.

55. Boby, JD. Clinical validation of a structural porous tantalum biomaterial for adult reconstruction / JD Boby et al.// The journal of bone and joint surgery. – 2004. – Vol. 86-A. – P. 123-129.

56. Pidhorz, LE. A quantitative study of bone and soft tissues in cementless porous-coated acetabular components retrieved at autopsy/LE Pidhorz, RM Urban, JJ Jacobs, DR Sumner, JO Galante// J Arthroplasty. – 1993. – Vol. 8(2). – P. 213–225.

57. Мазурова, В.И. Болезни суставов: руководство для врачей/ под ред. В.И. Мазурова. – СПб.: СпецЛит, 2008. – 397 с.

58. Яковлев, М.В. Полный курс за 3 дня. Анатомия человека/ М.В. Яковлев, М.В. Дроздова. – Воронеж: Научная книга, 2009. –370 с

59. Кузнецов. С.А. Гистология цитология и эмбриология: учебник для медицинского вуза / С.А. Кузнецов, Н.Н. Мушкабаров. – М.: ООО Медицинское информационное агенство, 2007. – 600 с.

60. Кукин, И.А. Особенности прочностных характеристик губчатой кости при заболеваниях тазобедренного сустава/ И.А. Кукин, И.В. Кирпичёв, Л.Б. Маслов, С.В. Вихрев // Фундаментальные исследования. – 2013. – № 7-2. – С. 328–333.

61. Абросимов, В.Г. Механические свойства костей, некоторые особенности обмена металлов с биологической средой, анализ конструктивных особенностей имплантов / В.Г. Абросимов // Вопросы реконструктивной и пластической хирургии. – 2008. – № 3(26). – С. 32–40.

62. 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.

63. Cheng, X.Y. Compression deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy with cellular structures fabricated by electron beam melting/ X.Y. Cheng, S.J. Li, L.E Murr, Z.B. Zhang, Y. Hao et. al // J.Mech.Behav. Biomed. Mater. – 2012. – V.16. – P.153 –162.

64. Olson, S.A. Designing a biomechanics investigation: choosing the right model / S.A. Olson // *J Orthop Trauma*. – 2012. – Vol. 26(12). – P. 672–677.
65. Карпов, А.В. Системы внешней фиксации и регуляторные механизмы оптимальной биомеханики/ А.В. Карпов, В.П. Шахов. – Томск: STT, 2001. –480 с.
66. Колесников, Л.Л. Анатомия, физиология и биомеханика зубочелюстной системы/ Под ред. Л.Л. Колесникова, С.Д. Арутюнова, И.Ю. Лебедеенко, В.П. Дегтярёва. – М.: ГЭОТАР-Медиа, 2009. – 304 с.
67. Берченко, Г.Н. Биокомпозиционный наноструктурированный препарат коллапан в инжиниринге костной ткани искусственные материалы в травматологии и ортопедии / Г.Н. Берченко// *Искусственные материалы в травматологии и ортопедии: сборник работ V научно-практического семинара*. – 2009. – С. 7–13.
68. Берченко, Г.Н. Костные трансплантаты в травматологии и ортопедии / Г.Н. Берченко// *Биоматериалы*. – 2008. – № 9. – С. 4–5.
69. Шаранда В. А. Клинико-экспериментальное обоснование эндостальной дентальной имплантации в аллогенной ортопедической костной пластике нижней челюсти: автореф. дис. ... канд. мед. наук: 14.00.21/ Шаранда Владимир Анатольевич. – Минск, 2008. – 22 с.
70. Наумович, С.А. Технологии зубного протезирования на дентальных имплантатах : учеб.- метод. пособие/ С. А. Наумович, А. Ф. Хомич, В. А. Шаранда, А. С. Борунов, Л. С. Величко, Е. Д. Соломонов. – Минск: БГМУ, 2011. – 50 с.
71. Трофимов, В.В. Титан, сплавы титана и их применение в стоматологии/ В.В. Трофимов, О.В. Федчишин, В.А. Клименов // *Сибирский медицинский журнал*. – 2009. – № 7. – С. 10-12.
72. Mullen, L. Selective laser melting: a unit cell approach for the manufacture of porous, titanium, bone in-growth constructs, suitable for orthopedic applications. II. randomized structures/ L. Mullen, R.C. Stamp, P. Fox, C.J. Sutcliffe, E. Jones, C. Ngo // *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials*. – 2010. – Vol. 92. – № 1. – P. 178-188.

73. 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. (Materials Horizons: From Nature to Nanomaterials, ISSN 2524-5384). - ISBN 978-981-13-9976-3.
74. Василюк, В.П. Экспериментальное обоснование применения инновационных технологий в изготовлении имплантов, имеющих ячеистую структуру, для замещения костных дефектов лицевого скелета (предварительные результаты) / В.П. Василюк, Г.И. Штраубе, С.А. Кочержук, П.В. Косарева, М.О. Асанович // Здоровье семьи - 21 век. – 2014. – №2 – С. 42–54.
75. Вильям Д. Имплантаты в хирургии: перевод с англ. / Д. Вильям, Р. Роуф. – М.: Медицина, 1978. –552 с.
76. Hao, L. Selective laser melting of a stainless steel and hydroxyapatite composite for load-bearing implant development / L. Hao, S. Dadbakhsh, O. Seaman, M. Felstead // Journal of Materials Processing Technology. – 2009.– Vol. 209 (17). – P. 5793–5801.
77. Семкин, В.А. Результаты использования силовых титановых пластин для замещения дефектов нижней челюсти/ В.А. Семкин, А.Г. Шамсудинов, И.Н. Лишев // Актуальные проблемы стоматологии: тезисы докладов IV Всероссийской научно-практической конференции. – 2000. – С. 135–137.
78. Сплавы титана и перспективы их применения в стоматологии: инф. письмо Перм. мед. ин-та. – Пермь, 1986. – С. 10–12.
79. Попович, А.А. Анизотропия механических свойств изделий, изготовленных методом селективного лазерного плавления порошковых материалов /А.А.Попович, В.Ш.Суфияров, Е.В.Борисов и др.// Изв вузов. Порошковая металлургия и функциональные покрытия. – 2016. – № 3. – С. 4–11.
80. Campanelli, S. Manufacturing and Characterization of Ti6Al4V Lattice Components Manufactured by Selective Laser Melting/ S. Campanelli et al.// Materials. – 2014. – Vol. 7. – P. 4803-4822.

81. Баринов, С. М. Керамические и композиционные материалы на основе фосфатов кальция для медицины/ С. М. Баринов // Успехи химии. – 2010. –Т.79. – № 1. –С. 15 – 32.
82. Niinomi M. Low Modulus Titanium Alloys for Inhibiting Bone Atrophy/ M. Niinomi // Biomaterials Science and Engineering. – 2011. – Режим доступа: <https://www.intechopen.com/books/biomaterials-science-and-engineering/low-modulus-titanium-alloys-for-inhibiting-bone-atrophy>.
83. Wang, X. Topological design and additive manufacturing of porous metals for bone scaffolds and orthopaedic implants: a review/ X. Wang et al.// Biomaterials. – 2016. –Vol. 83. – P. 127-141.
84. Hollander, D.A. Structural, mechanical and in vitro characterization of individually structured Ti–6Al–4V produced by direct laser forming/ D.A. Hollander et. al// Biomaterials. – 2006. – Vol. 27. – P. 955-963.
85. Gibson, L.J. Cellular solids: structure and properties / L.J. Gibson, M.F. Ashby. – New York, NY: Cambridge University Press, 1997. – 510 p.
86. Gibson, L.J. Mechanical behavior of metallic foams / L.J. Gibson// Annu. Rev. Mater. Sci. – 2000. – Vol. 30. – P. 191–227.
87. Ханов, А.М. Прогнозирование физико-механических свойств ВПЯМ на основе структурного моделирования/ А.М. Ханов, Л.Д. Сиротенко, Е.В. Матыгуллина, И.В. Самусев, Г.В. Башкирцев // Вестник ПНИПУ. Машиностроение. Материаловедение. – 2010. – № 1. – С. 17–29.
88. Buffel, V. Modelling open cell-foams based on the Weaire–Phelan unit cell with a minimal surface energy approach/ V. Buffel, F. Desplentere, K. Bracke, I. Verpoest // International Journal of Solids and Structures. – 2014. – Vol. 51. – P. 3461–3470.
89. Смирнов, Е. Ю. Группы Кокстера и правильные многогранники/ Е. Ю. Смирнов. – М.: МЦНМО, 2009. – 48 с.
90. Ашкрофт, Н. Физика твердого тела. Т.1. / Н. Ашкрофт, Н.Мермин – М.: Мир, 1979. – 399 с.
91. 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.
92. Mazur, M. Deformation and failure behaviour of Ti-6Al-4V lattice structures manufactured by selective laser melting (SLM) / M. Mazur, M. Leary, S. Sun, M. Vcelka, D. Shidid, M. Brandt // *Int. J. Adv. Manuf. Technol.* – 2016. – Vol. 84. – P. 1391–1411.
93. ГОСТ Р 8.777–2011 ГСИ. Дисперсный состав аэрозолей и взвесей. Определение размеров частиц по дифракции лазерного излучения.– Введ. 01.01.2013. – М.: Стандартинформ, 2019. – 13 с.
94. Гоулдстейн, Дж. Растровая электронная микроскопия и рентгеновский микроанализ: в 2 кн. пер. с англ. / Дж. Гоулдстейн, Д. Ньюбери, П. Эчлин и др. – М.: Мир, 1984. – 303с.
95. ГОСТ 23401-90. Порошки металлические. Катализаторы и носители. Определение удельной поверхности. – М.: Стандартинформ, 1990. – 12 с.
96. ГОСТ 19440-94. Порошки металлические. Определение насыпной плотности. – М.: Стандартинформ, 1994. – 13 с.
97. ГОСТ 25279-93. Порошки металлические. Определение плотности после утряски. – М.: Стандартинформ, 1993. – 10 с.
98. ГОСТ 20899-98. Порошки металлические. Определение текучести с помощью калиброванной воронки (прибора Холла). – М.: ИПК Издательство стандартов, 2001. – 6 с.
99. ReaLizer SLM 50. Operating manual. ReaLizer GmbH, Germany. – 2011.– 130 р.
100. Кузнецов, В.Е. Системы быстрого изготовления прототипов и их расширения / В.Е. Кузнецов // *CAD/CAM/CAE*. – 2003. – № 4. – С. 2–7.
101. 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.

102. ГОСТ 9450-76 (СТ СЭВ 1195-78) Измерение микротвердости вдавливанием алмазных наконечников. – М.: Стандартиформ, 1976. – 35 с.
103. ГОСТ 25.503-97 Расчеты и испытания на прочность. Методы механических испытаний металлов. Метод испытания на сжатие. – М.: Стандартиформ, 1997. – 27 с.
104. ГОСТ Р ИСО 5832-3-2014 Имплантаты для хирургии. Металлические материалы. Часть 3. Деформируемый сплав на основе титана, 6-алюминия и 4-ванадия (с Поправкой) – М.: Стандартиформ, 2015. – 9 с.
105. ISO 13314:2011 Mechanical testing of metal – Ductility testing – Compression test of porous and cellular metals.
106. Спиридонов, А.А. Планирование эксперимента при исследовании технологических процессов / А.А. Спиридонов. – М.: Машиностроение, 1981. – 184 с.
107. Хартман, К. Планирование эксперимента в исследовании технологических процессов/ К. Хартман. – М.: Мир, 1977. – 548 с.
108. Харченко, М.А. Корреляционный анализ: учебное пособие для вузов / М.А. Харченко. – Воронеж: ВГУ, 2008. – 31 с.
109. ГОСТ Р 8.736–2011. Государственная система обеспечения единства измерений. Измерения прямые многократные. Методы обработки результатов измерений. Основные положения. – Введ. 01.01.2013. – М.: Стандартиформ, 2013. – 24 с.
110. Адлер, Ю.П. Введение в планирование эксперимента / Ю.П. Адлер. – М.: Наука, 1968. – 155 с.
111. Большев, Л. Н. Таблицы математической статистики / Л. Н. Большев, Н. В. Смирнов – М: Наука. Главная редакция физико-математическом литературы, 1983. –416 с.
112. 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.

113. ASTM F2924-14 Additive Manufactured Ti6Al4V With Powder Bed Fusion – ASTM International, 2014. – 9 p.
114. Самусев, И.В. Исследование ячеистых структур в литье по выплавляемым стереолитографическим синтез-моделям/ И.В. Самусев, О.Ю. Сметанников//Известия Самарского научного центра Российской академии наук. – 2013. – Т. 15. – №4(2), С. 408 – 411.
115. Сиротенко, Л.Д. Моделирование процесса удаления выжигаемой литьевой sla-модели/ Л.Д. Сиротенко, А.А. Шумков, Н.В. Трапезников, П.Н. Килина// Металлообработка. – 2016. – № 5 (95). – С. 56–61.
116. Килина, П.Н. Использование технологии селективного лазерного спекания для получения имплантатов с ячеистой структурой / П.Н. Килина, А.М. Ханов, Е.А. Морозов, Л.Д. Сиротенко// Новости материаловедения. Наука и техника. –2015. –№ 3(15). – С 8.
117. 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.
118. Килина, П.Н. Критерии назначения режимов при получении тонкостенных изделий с ячеистой структурой методом селективного лазерного сплавления/ П.Н. Килина, Л.Д. Сиротенко// Электрофизические методы обработки в современной промышленности: тезисы докладов III-й Международной научно-практической конференции молодых ученых, аспирантов и студентов (г. Пермь, 11-12 декабря 2019 г.). Пермь: Изд-во ПНИПУ. – 2020. – С. 102-104.
119. Килина, П.Н. Анализ влияния мощности лазерного излучения на геометрические параметры ячеистых материалов/П.Н. Килина// Новые технологии, материалы и оборудование российской авиакосмической отрасли: тезисы докладов Всероссийской научно-практической конференции с

международным участием (г. Казань, 8-10 августа 2018 г.). Казань: Изд-во КНИТУ-КАИ. – 2018. – Т 1. – С. 472-474.

120. Бруйка, В.А. Инженерный анализ в Ansys Workbench. Часть I / В.А. Бруйка. – Самара: Самар.гос.техн.ун-т, 2010. – 271 с.

121. Бруйка В.А., Инженерный анализ в Ansys Workbench. Часть II / В.А. Бруйка. – Самара: Самар.гос.техн.ун-т, 2013. – 149 с.

122. Хенч, Л. Биоматериалы, искусственные органы и инжиниринг тканей/ Л. Хенч, Д. Джонс. – М.: Техносфера, 2007. – 304 с.

123. Тверской, М.М. Компьютерная технология изготовления имплантатов методом послойного лазерного спекания/ М.М. Тверской, Л.Н. Петрова, А.С. Аладин, Е.Ю. Сулацкая, А.С. Жаринова// Вестник ЮУрГУ. – 2012. – № 23(16). – С. 64–69.

124. 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., Харитоновна 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.

125. 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.

126. Килина, П.Н. Влияние макроструктуры высокопористых ячеистых имплантатов на кинетику формирования костной ткани /П.Н. Килина, Л.Д. Сиротенко, В.П. Василюк// Инновационные технологии в материаловедении и машиностроении – ИТММ-2019: тезисы докладов 4-й Международной научно-практической конференции (г. Пермь, 23-27 сентября 2019 г.). Пермь: Изд-во ПНИПУ. – 2019. – С. 126-129.

## ПРИЛОЖЕНИЕ А

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение  
высшего образования  
«Пермский государственный медицинский университет им. академика Вагнера»  
Министерства здравоохранения Российской Федерации  
Кафедра хирургической стоматологии и челюстно-лицевой хирургии  
**РЕЗУЛЬТАТЫ ВНЕДРЕНИЯ ЯЧЕИСТЫХ ИМПЛАНТАТОВ,  
ПОЛУЧЕННЫХ МЕТОДОМ СЕЛЕКТИВНОГО ЛАЗЕРНОГО  
ПЛАВЛЕНИЯ ПОРОШКА Ti6Al4V, ЛАБОРАТОРНЫМ ЖИВОТНЫМ**

### 1. Объект исследования

Цель исследования – изучить характеристики и процессы формирования костной ткани в ячеистых имплантатах, основу которых составляют ячейки Вигнера-Зейтца, наподобие трабекулярной организации костной ткани; оценить влияние макроструктуры ВПЯМ на механизмы прорастания костной ткани в ячейки имплантатов при их вживлении лабораторным животным.

Опытные образцы: ячеистые имплантаты, состоящие из ячеек Вигнера-Зейтца с размером ячеек 1, 2, 3 мм (макропористостью 50 – 97%), с размером макропор в ячейках 250, 550, 850 мкм, полученные селективным лазерным плавлением порошка Ti6Al4V.

### 2. Методика исследования

Все эксперименты выполнены в соответствии [Приложение к приказу Министерства здравоохранения СССР от 12.08.1977 г. № 755] с «Европейской конвенцией о защите позвоночных животных, используемых для экспериментов или в иных научных целях» от 18.03.1986 (Текст изменен в соответствии с положениями Протокола (ETS № 170), после его вступления в силу 2 декабря 2005 года; Лиссабонский договор о внесении изменений в Договор о Европейском союзе и Договор об учреждении Европейского сообщества вступили в силу 1 декабря 2009 года).

#### 2.1 Результаты внедрения ячеистых имплантатов в область основания хвоста лабораторным животным

Исследование проводили на 12 беспородных белых крысах, возраст которых не превышал 3-х месяцев, массой – от 180 до 200 г, длина тела с хвостом от 23 до 25 см, животные разделялись на 3 группы. Имплантаты, основу которых составляет ячеистая структура Вигнера-Зейтца, были введены в область основания хвоста животного, что является продолжением позвоночного столба (рисунок 1); структура позвонков также имеет костное и пористое вещество, являясь идентичной строению нижней челюсти.

Все животные содержались в одинаковых условиях – в одной клетке одно животное. При наблюдении за животными на начальном этапе эксперимента (1–3 месяца) выявлено: животные активны, аппетит не нарушен, температурная реакция в норме, линии швов в норме. На коже в области хвостов крыс – визуализируются рубцы тонкие, розового цвета; отторжения имплантатов не наблюдали. Интенсивность и характер новообразованных тканевых структур в

ячейках имплантатов оценивали после выведения животных из эксперимента (рисунок 2, 3).



а) блокада нервного ствола у основания хвоста животного;

б) подготовка ложа под имплантат и его вживление

Рисунок 1 – Вживление ячеистых имплантатов в основание хвоста

Из ячеек имплантатов выделяли ткани с помощью стоматологического экскаватора, полученные тканевые структуры фиксировали в 10 %-ном нейтральном формалине, заливали в парафин, срезы окрашивали гематоксилин-эозином и по ван Гизону. Приготовлены и исследованы 36 препаратов, которые разделены на 3 группы, соответственно размерам ячеек, указанных выше, а также изготовлены шлифы для определения соединения «кость-имплантат» (рисунок 4–9).

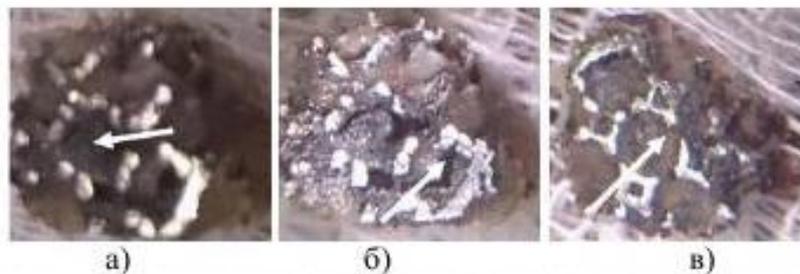
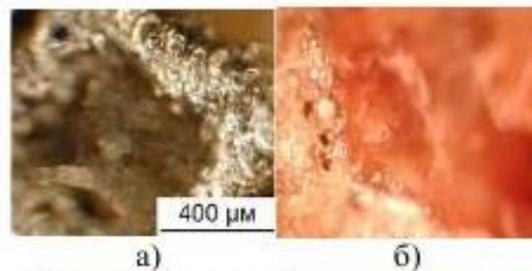


Рисунок 2 – Три типа имплантата с ячеистой структурой с макропорами (а – 250 мкм, б – 550 мкм, в – 850 мкм) с интегрированными тканями



а) срок 2 недели; б) срок 6 месяцев

Рисунок 3 – Этапы формирования костной ткани в ячейках

При исследовании первой группы препаратов обнаружено через 3 месяца, что в них преобладала рыхлая соединительная ткань с наличием одиночных мелких сосудов, в виде тонких тяжей проникающая в ячеистую структуру имплантата от образующейся внешней общей соединительнотканной капсулы. Последняя имела однородное строение с большим содержанием коллагеновых волокон по отношению к тканям ячеек (рисунок 4).

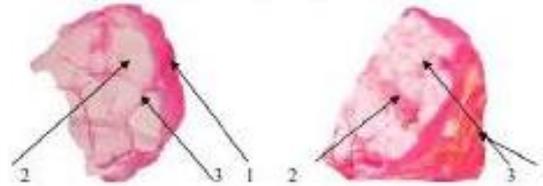


Рисунок 4 – Общая капсула (1); участки с рыхлой соединительной тканью (2); ячейки имплантата (3) (увеличение 50)

Во второй группе препаратов также имелась общая соединительнотканная капсула с элементами жировой и мышечной ткани и наличием сети более крупных сосудов. От общей капсулы отходят значительно плотные по структуре и строению тяжи соединительной ткани (рисунок 5).



Рисунок 5 – Тяжи плотной соединительной ткани (1), отходящие от общей капсулы (2) и внедряющиеся в ячейки имплантатов. Окраска гематоксилин-эозин. (увеличение 100)

В третьей группе препаратов общая капсула состоит из рыхлой и плотной соединительной ткани, жировых структур и пронизана крупными сосудами (3). От нее отходят толстые тяжи, состоящие из такой же плотной соединительной ткани, содержащей мелкие очаги грубоволокнистой кости (рисунок 6).

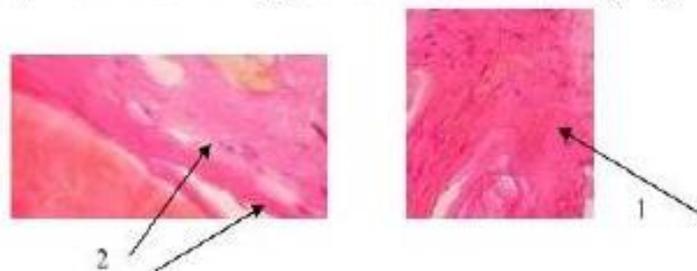


Рисунок 6 – Грубоволокнистая соединительная ткань (1), образовавшаяся в ячейках. Грубоволокнистая костная ткань; показаны ее балки (2). Окраска: гематоксилин-эозин (увеличение 200)

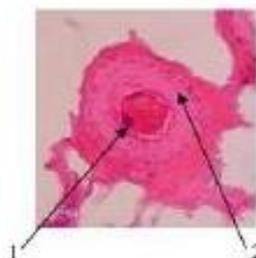


Рисунок 7 – Крупный кровеносный сосуд (1) (артерия) в соединительной ткани (2), окружающей имплантат (увеличение 200)

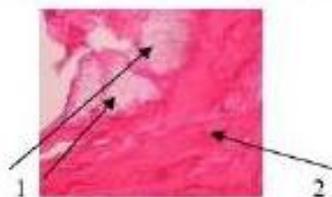


Рисунок 8 – Очаги жировой ткани (1), образовавшейся в соединительнотканной капсуле вокруг имплантата (2). Окраска гематоксилин-эозином (увеличение 200)

Было установлено, что в параоссальных пространствах капсулы, покрывающей ячеистую поверхность имплантата, у 2 животных встречались мелкие инкапсулированные инородные тела – микрофрагменты металла, вокруг которых наблюдалась мононуклеарная реакция, которая отвечает неспецифическому продуктивному воспалению низкой активности, как следствие процесса биодеградации материала (рисунок 9).



Рисунок 9 – Микрофрагменты металла (1), вокруг которых наблюдалась мононуклеарная реакция. Окраска гематоксилин-эозином (увеличение 200)

В результате патогистологических исследований и просмотров шлифов «кость-имплантат» установлено:

1. В ячейках, размерами 1 мм (с макропорами 250 мкм), преобладает рыхлая соединительная ткань, пронизанная одиночными мелкими сосудами.

2. В ячейках, размерами 2 мм (с макропорами 550 мкм), в окружающей имплантат соединительной ткани (капсула) имеются вкрапления жировой и мышечной тканей, пронизанных сетью более крупных кровеносных сосудов. От капсулы отходят значительно плотные, однородные по структуре и строению тяжи плотной и рыхлой соединительной ткани.

3. В ячейках, размерами 3 мм (с макропорами 850 мкм), общая капсула содержит прослойки жировой ткани с наличием еще более крупных кровеносных сосудов. От капсулы отходят толстые тяжи плотной соединительной ткани, в которой содержатся мелкие очаги грубоволокнистой кости.

4. В соединении «кость-имплантат» на полученных шлифах установлено, что ячейки, размером 1 мм, заполнены лишь на периферии рыхлой соединительной тканью, ячейки 3 мм содержат костные трабекулы по периферии имплантата, распространяющиеся в центр ячеистых структур.

## **2.2 Результаты внедрения ячеистых имплантатов в челюсти лабораторным животным**

На втором этапе проводилось вживление челюстных ячеистых имплантатов (рисунок 10). Для проведения исследования использовано 89 животных: беспородных белых крыс, возраст которых не превышал 3 месяцев, массой – от 180 до 200 г и морских свинок массой 300-350 г, из них 82 животных составляли основную группу исследования и были разделены на 3 подгруппы в зависимости от сроков эксперимента и размера ячеек имплантатов 1, 2 и 3 мм. По окончании наблюдения исследовали клинические данные и степень фиксации имплантатов через 2 недели, 4 и 9 месяцев. В группу сравнения также вошли результаты, полученные при исследовании имплантатов из Углекона-М и мелкопористого титана.

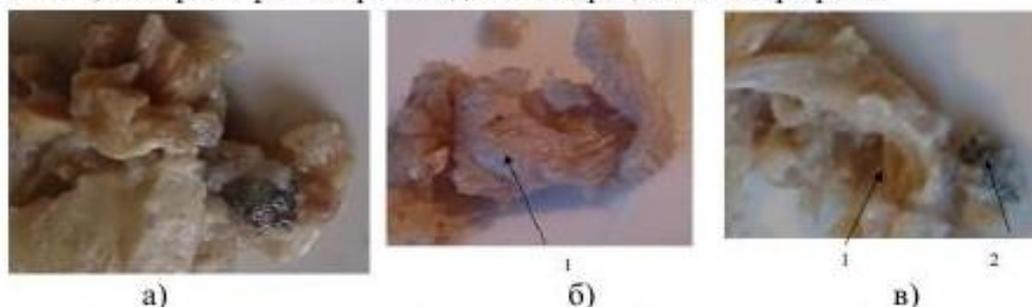


Рисунок 10– Вживление челюстного имплантата

Подопытных животных выводили из эксперимента в соответствии со сроками (2 недели, 4 мес. и 9 мес.), после чего осуществляли забор мягких тканей и костную структуру вместе с имплантатом (рисунок 11). В первом случае выделен 21 макропрепарат, во втором - 43 макропрепарата, а в третьем – 18. Взятый материал погружали в «Трилон-В» на 3 месяца для проведения декальцинации костной ткани. После заливки материала в парафин-целлоидин изготавливали срезы. Окраска гематоксилин-эозином. Из 82 макропрепаратов приготовлено 109 микропрепаратов, которые подвергли морфологическому исследованию.

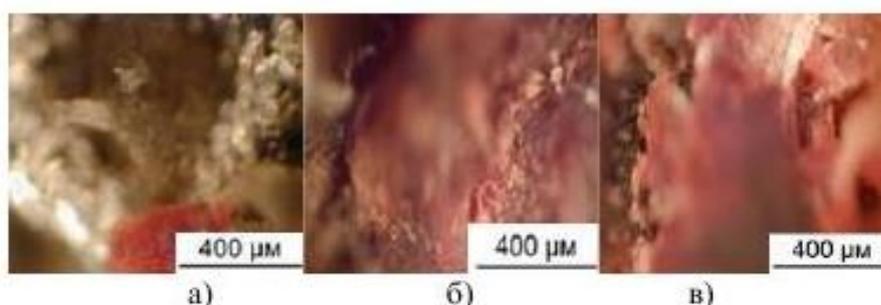
В 2-недельный срок выявлено, что произошло образование соединительной ткани, которая заполнила ячейки имплантационного материала в 250 мкм на 2/3 и 550 мкм полностью, переходила непосредственно в капсулу вокруг имплантата и была представлена грануляционной или незрелой фиброзной тканью (рисунок

12), в которой частично отмечалась мононуклеарная инфильтрация различной плотности; в инфильтратах преобладали лимфоциты и макрофаги.



- а) имплантат, покрытый соединительной тканью, срок 4 месяца;  
 б) Плотная костная структура в виде полусферы (1) срок 9 месяцев  
 в) Плотная кость однородна по структуре (1) челюсти после отделения имплантата (2) срок 9 месяцев

Рисунок 11 –Этапы формирования костной ткани в ячейках



- а)  $D = 1$  мм с размерами макропор 250 мкм; б)  $D = 2$  мм с размерами макропор 550 мкм; в)  $D = 3$  мм с размерами макропор 850 мкм;

Рисунок 12 – Формирование биологической ткани в ячейках имплантатов

В ячейках 850 мкм обнаружена остаточная макрофагальная реакция. Новообразованная костная ткань представлена незрелой, ретикулофиброзной тканью, которая вращала от края дефекта к центру, циркулярно, охватывая периферические перемычки. В глубине фиброзной ткани по периферии дефекта встречались небольшие очаги оссификата с признаками активного остеогенеза.



Рисунок 12 – Соединительнотканная капсула вокруг образца вокруг ячеек (1), срок имплантации - 12 дней. Капсула тонкая, без воспалительной реакции. Окраска гематоксилин-эозином (увеличение 200)

Через 2 недели после пластики дефекта нижней челюсти на костном углеродным имплантатом «Углекон-М» при морфологическом исследовании выявлено полнокровие сосудов, умеренная макрофагальная инфильтрация вокруг имплантата. В цитоплазме макрофагов – наличие инородных частиц углерода. Отмечается также пролиферация фибробластов.

Через 4 месяца экспериментального исследования можно заметить, что с увеличением размеров ячеек увеличивается интеграция имплантата с костью. Остеоинтеграция образцов обусловлена также непосредственным контактом минерализованных костных структур с поверхностью металла снаружи и в перемычках имплантата. Через 4 месяца после пластики дефекта нижней челюсти на костном углеродным имплантатом «Углекон-М» при гистологическом исследовании выявлено обилие частиц черного цвета, окруженных соединительными структурами, содержащих большое количество плотно расположенных коллагеновых волокон. При исследовании имплантата из мелко пористого титана в 24 недели выявлено: вокруг пористого титанового образца лишь частично прилегает грубоволокнистая костная ткань, которая представлена множеством костных балок и костным мозгом.

Через 9 месяцев в имплантационных материалах с макропорами размером 250 мкм выявляется незрелая ретикулофиброзная ткань, которая уже распространяется от края к центру ячеек, циркулярно, охватывая одновременно края костного дефекта. Встречались небольшие оссификаты в глубине фиброзной ткани. По краям дефекта и интерстициального регенерата наблюдались признаки активного остеогенеза. В имплантационных материалах с макропорами размером 550 мкм, и особенно 850 мкм, сформировались разнонаправленные костные пластинки, окруженные по границе с металлом соединительной тканью. В центрально расположенных ячейках пластинчатая костная ткань утолщена с наличием костных трабекул с образованием костномозговых полостей с расположенными здесь сосудами и развивающимися клетками крови, образуются подобия остеонов (рисунок 13).

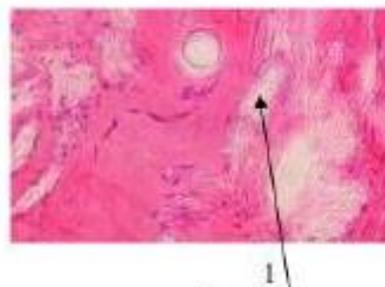


Рисунок 13 – Нижняя челюсть крысы, срок 9 мес. после имплантации. Имплантат с ячейками 850 мкм с костными пластинками (1) и широкими пространствами между ними с кровеносными сосудами и клетками крови. Окраска гематоксилин-эозином. (увеличение 200)

Соединительнотканная капсула вокруг имплантационного материала была представлена зрелой фиброзной тканью с незначительно выраженной мононуклеарной воспалительной инфильтрацией и увеличенным количеством лимфоцитов и макрофагов (рисунок 14). С одной стороны к капсуле (1) примыкают волокна мышечной ткани (2), с другой – зрелые костные пластинки (3).

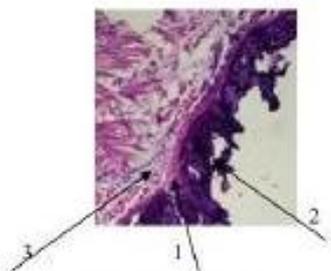


Рисунок 14 – Плотная соединительнотканная капсула по краю имплантата, срок имплантации - 9 мес. Мышечная ткань (1), соединительнотканная капсула (2), зрелые костные пластинки (3). Окраска гематоксилин-эозином (увеличение 200)

1. В 2-недельный срок образовавшаяся соединительная ткань заполняла конструкции с размером ячеек 1 и 2 мм с размерами макропор 250 и 550 мкм соответственно, переходила непосредственно в капсулу вокруг имплантата и была представлена грануляционной или незрелой фиброзной тканью, однако в ячейках с размером 3 мм (размером макропор 850 мкм) обнаружена ретикуло-фиброзная ткань с признаками активного остеогенеза.

2. С увеличением срока эксперимента с 4 до 9 месяцев увеличивается интеграция костных структур во всех трех видах имплантатов, особенно в имплантатах с ячейками 3 мм.

3. Сравнительный анализ данных, полученных через 9 месяцев, показал, что имеются еще слабовыраженные признаки костно-фиброзной интеграции в имплантационных материалах с ячейками 1 мм.

4. Минерализованные костные структуры наиболее выражены в имплантационных материалах с ячейками 2 и 3 мм с пористостью 90-97%, где процессы оссификации начинаются значительно раньше.

5. Процессы остеорегенерации различны и активнее протекают с использованием имплантационных ВПЯМ с ячейками разных размеров в ранние и поздние сроки и завершаются образованием полноценной пластинчатой кости, обеспечивающей высокую прочность образованной конструкции по отношению к «Углекону-М» и мелкопористому титану, в которых остеосинтез происходит замедленно. В имплантатах из пористого титана в те же сроки выявлены широкие прослойки соединительной ткани и участки грубоволокнистой кости, лишь частично прилегающей к имплантату.

6. Имплантаты с ячейками 3 мм с макропористостью 95- 97% предполагается использовать для замещения полостей после удаления околокорневых кист. Для замещения полных и частичных дефектов предлагается использовать имплантаты с размером ячейки 2 и 3 мм с макропористостью 90-95%.

Доцент кафедры хирургической стоматологии  
и челюстно-лицевой хирургии  
ФГБОУ ВО ПГМУ,  
к. мед. наук, доцент

/Василюк В.П./

Зав. кафедрой хирургической стоматологии  
и челюстно-лицевой хирургии  
ФГБОУ ВО ПГМУ,  
д. мед. наук, профессор

/Штраубе Г.И./



## ПРИЛОЖЕНИЕ Б



УТВЕРЖДАЮ  
Ректор ФГБОУ ВО ПНИПУ  
физико-математических наук,  
профессор А.А. Таджинов

2020

## АКТ

Об использовании результатов диссертационной работы Килиной П.Н. «Формирование периодической структуры армирующего каркаса костной ткани на основе порошкового титанового сплава селективным лазерным плавлением», представлено на соискание учёной степени кандидата технических наук, в учебном процессе ФГБОУ ВО ПНИПУ

Результаты диссертационной работы внедрены в учебный процесс на кафедре «Инновационные технологии машиностроения» механико-технологического факультета ПНИПУ по направлению подготовки магистров 15.04.01 Машиностроение, дисциплины «Современные технологии прототипирования», «Технологии селективного лазерного плавления», «Новые конструкционные материалы» при проведении лекций и лабораторных работ по изучению вопросов получения функциональных изделий методом селективного лазерного плавления.

Акт выдан для представления в диссертационный совет Д ПНИПУ.05.06 по специальности 05.16.06 – Порошковая металлургия и композиционные материалы.

Заведующий кафедрой  
«Инновационные технологии машиностроения»  
доктор технических наук, профессор

С

/Карманов В.В./