



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 106923940 B

(45)授权公告日 2019.04.23

(21)申请号 201710195610.5

A61L 27/06(2006.01)

(22)申请日 2017.03.28

(56)对比文件

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 106923940 A

(43)申请公布日 2017.07.07

(73)专利权人 中奥汇成科技股份有限公司

地址 100176 北京市大兴区北京经济技术开发区科创十四街20号院14号楼A座3层

(72)发明人 李众利 金攻 李瑞玲 李玲玲
苏祥正 李冀(74)专利代理机构 北京维澳专利代理有限公司
11252

代理人 周放 江怀勤

(51)Int.Cl.

A61B 17/70(2006.01)

A61F 2/44(2006.01)

B22F 3/11(2006.01)

A61L 27/56(2006.01)

CN 104131195 A, 2014.11.05,
CN 204501113 U, 2015.07.29,
CN 102293693 A, 2011.12.28,
CN 102747245 A, 2012.10.24,
CN 106521219 A, 2017.03.22,
CN 101353738 A, 2009.01.28,
CN 101032633 A, 2007.09.12,
CN 105435305 A, 2016.03.30,
CN 101418392 A, 2009.04.29,
CN 102293693 A, 2011.12.28,
US 6572654 B1, 2003.06.03,
US 2015/0173905 A1, 2015.06.25,
CN 204971719 U, 2016.01.20,
CN 201612682 U, 2010.10.27,沈宏飞等.以NH₄HC0₃为造孔剂制备的多孔钛及其力学性能.《特种合金》.2016,第36卷(第3期),

审查员 苏蔷薇

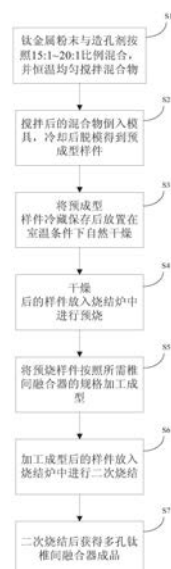
权利要求书1页 说明书4页 附图3页

(54)发明名称

多孔钛椎间融合器的制备方法及多孔钛椎间融合器

(57)摘要

本发明公开了一种多孔钛椎间融合器的制备方法,所述方法包括:将钛金属粉末与造孔剂按照15:1~20:1比例混合,然后恒温均匀搅拌混合物;将搅拌后的混合物倒入模具中,冷却后脱模,形成预成型样件;将预成型样件冷藏保存后放置在室温条件下自然干燥;干燥后的样件在烧结炉中氩气保护下预烧,再将预烧后的样件按照所需椎间融合器的尺寸规格机械加工成型;加工成型后的样件放入烧结炉中进行真空二次烧结,获得多孔钛椎间融合器成品。本发明多孔钛椎间融合器符合理想的骨长入条件,且易于机械加工成型。



1. 一种多孔钛椎间融合器的制备方法,其特征在于,所述方法包括:

步骤S1:将钛金属粉末与造孔剂按照15:1~20:1比例混合,然后恒温均匀搅拌混合物;所述恒温均匀搅拌包括:以200r/min~600r/min的搅拌速率在温度为70℃~90℃的环境下,均匀搅拌6~10分钟;

步骤S2:将搅拌后的混合物倒入模具中,冷却后脱模,形成预成型样件;

步骤S3:将预成型样件冷藏保存后放置在室温条件下自然干燥;

步骤S4:干燥后的样件放入烧结炉中进行预烧;所述预烧包括:在氩气保护下以400℃~500℃预烧2~6小时,使样件的收缩率达到25%~35%;

步骤S5:将预烧样件按照所需椎间融合器的尺寸规格机械加工成型;

步骤S6:加工成型后的样件放入烧结炉中进行二次烧结;所述二次烧结包括:在真空下以1200℃~1500℃烧结3~5小时,使样件的收缩率达到12%~18%;

步骤S7:二次烧结后获得多孔钛椎间融合器成品。

2. 根据权利要求1所述的方法,其特征在于,

所述冷藏保存包括:在4℃环境下保存4~6小时;

所述在室温条件下自然干燥包括:在温度为20℃~22℃、湿度为35%~70%的环境下,自然放置7~10天。

3. 根据权利要求1~2任一项所述的方法,其特征在于,所述钛金属粉末为以下任一种:纯钛粉末、钛合金粉末;所述造孔剂包括以下任一种或多种组合:碳酸氢铵、氢化钛、尿素、石蜡。

4. 一种多孔钛椎间融合器,其特征在于,包括融合器本体,在融合器本体的前端设有导向部,在融合器本体的上端面和下端面分别设有多个齿形结构,在融合器本体的后端还设有夹持部;所述多孔钛椎间融合器采用权利要求3所述的方法制成,并且所述多孔钛椎间融合器的多孔结构的孔径为300μm~600μm,孔隙率为50%~80%,弹性模量为1GPa或3GPa~5GPa。

5. 根据权利要求4所述的融合器,其特征在于,所述齿形结构为齿形槽或啮合小齿。

6. 根据权利要求4所述的融合器,其特征在于,在所述融合器本体的上端面或下端面的侧边沿处,还设有旋转导角结构。

多孔钛椎间融合器的制备方法及其多孔钛椎间融合器

技术领域

[0001] 本发明涉及医用植入材料领域,尤其涉及一种多孔钛椎间融合器的制备方法及其多孔钛椎间融合器。

背景技术

[0002] 椎间融合器是一种椎间融合术的常用器械,其能够保证椎间融合所需要的足够脊柱稳定性、维持脊柱高度、促进椎间融合,广泛应用于治疗颈椎病、腰椎间盘突出、椎管狭窄、椎体压缩骨折、椎体滑脱等常见脊柱疾病。

[0003] 目前常用的钛合金椎间融合器存在易导致骨质疏松患者相邻椎体骨折、常规骨性愈合慢、出现无菌性松动等不足;聚醚醚酮(Polyetheretherketone,PEEK)椎间融合器具备良好的耐磨、耐高温、良好的机械性能与抗疲劳性,但存在致密性高,使骨组织很难附着在其表面,易导致内植入相关性骨质疏松等问题;而异体骨螺纹融合器存在异体骨吸收与新骨形成不同步,从维持椎间高度及节段前凸考虑,融合效果较差。

[0004] 因此,研制具有良好生物相容性、可促进组织功能的再生和改善的新型椎间融合器,是解决脊柱类疾病的关键问题。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种多孔钛椎间融合器的制备方法及其多孔钛椎间融合器,以解决上述现有椎间融合器的缺陷。

[0006] 本发明采用的技术方案如下:

[0007] 一种多孔钛椎间融合器的制备方法,所述方法包括:

[0008] 步骤S1:将钛金属粉末与造孔剂按照15:1~20:1比例混合,然后恒温均匀搅拌混合物;

[0009] 步骤S2:将搅拌后的混合物倒入模具中,冷却后脱模,形成预成型样件;

[0010] 步骤S3:将预成型样件冷藏保存后放置在室温条件下自然干燥;

[0011] 步骤S4:干燥后的样件放入烧结炉中进行预烧;所述预烧包括:在氩气保护下以400℃~500℃预烧2~6小时,使样件的收缩率达到25%~35%;

[0012] 步骤S5:将预烧样件按照所需椎间融合器的尺寸规格机械加工成型;

[0013] 步骤S6:加工成型后的样件放入烧结炉中进行二次烧结;所述二次烧结包括:在真空下以1200℃~1500℃烧结3~5小时,使样件的收缩率达到12%~18%;

[0014] 步骤S7:二次烧结后获得多孔钛椎间融合器成品。

[0015] 优选地,所述恒温均匀搅拌包括:以200r/min~600r/min的搅拌速率在温度为70℃~90℃的环境下,均匀搅拌6~10分钟。

[0016] 优选地,所述冷藏保存包括:在4℃环境下保存4~6小时;所述在室温条件下自然干燥包括:在温度为20℃~22℃、湿度为35%~70%的环境下,自然放置7~10天。

[0017] 优选地,所述钛金属粉末为以下任一种:纯钛粉末、钛合金粉末、或其他生物医用

金属材料的混合粉末；所述造孔剂包括以下任一种或多种组合：碳酸氢铵、氢化钛、尿素、石蜡。

[0018] 一种多孔钛椎间融合器，包括融合器本体，在融合器本体的前端设有导向部，在融合器本体的上端面和下端面分别设有多个齿形结构，在融合器本体的后端还设有夹持部；所述多孔钛椎间融合器采用上述方法制成，并且所述多孔钛椎间融合器的多孔结构的孔径为 $300\mu\text{m}\sim 600\mu\text{m}$ ，孔隙率为 $50\%\sim 80\%$ ，弹性模量为 1GPa 或 $3\text{GPa}\sim 5\text{GPa}$ 。

[0019] 优选地，所述齿形结构为齿形槽或啮合小齿。

[0020] 优选地，在所述融合器本体的上端面或下端面的一侧边沿处，还设有旋转导角结构。

[0021] 本发明提出的多孔钛椎间融合器的制备方法，是将多孔钛用于椎间融合器，并结合椎间融合器的应用需求，提出了相应的制备工艺，使融合器的多孔结构的孔径为 $300\mu\text{m}\sim 600\mu\text{m}$ 、孔隙率为 $50\%\sim 80\%$ ，进而使椎间融合器更符合理想骨长入条件，并且该多孔钛椎间融合器的弹性模量类似于松质骨，可以起到缓冲、过度作用，其强度也能够通过改变多孔结构的大小而调整，从而可以在保证椎间融合手术效果的同时，减少并发症的发生。

[0022] 进一步地，本发明的制备方法通过在制备过程中对样件收缩率的控制，使得样件在二次烧结后即可符合产品型号规格的要求，易于机械加工。

附图说明

[0023] 为使本发明的目的、技术方案和优点更加清楚，下面将结合附图对本发明作进一步描述，其中：

[0024] 图1为本发明提供的多孔钛椎间融合器的制备方法的实施例流程图；

[0025] 图2为本发明提供的多孔钛椎间融合器的多孔结构的电镜图；

[0026] 图3为多孔钛椎间融合器的实施例的结构示意图。

具体实施方式

[0027] 下面详细描述本发明的实施例，所述实施例的示例在附图中示出，其中自始至终相同或类似的标号表示相同或类似的元件或具有相同或类似功能的元件。下面通过参考附图描述的实施例是示例性的，仅用于解释本发明，而不能解释为对本发明的限制。

[0028] 本发明提供了一种多孔钛椎间融合器的制备方法的实施例，如图1所示，包括：

[0029] 步骤S1：将钛金属粉末与造孔剂按照 $15:1\sim 20:1$ 比例混合，然后恒温均匀搅拌混合物；

[0030] 步骤S2：将搅拌后的混合物倒入模具中，冷却后脱模，形成预成型样件；

[0031] 步骤S3：将预成型样件冷藏保存后放置在室温条件下自然干燥；

[0032] 步骤S4：干燥后的样件放入烧结炉中进行预烧；

[0033] 步骤S5：将预烧样件按照所需椎间融合器的尺寸规格机械加工成型；

[0034] 步骤S6：加工成型后的样件放入烧结炉中进行二次烧结；

[0035] 步骤S7：二次烧结后获得多孔钛椎间融合器成品。

[0036] 需要对上述步骤作进一步说明的是，在步骤S2中可以采用凝胶铸模技术得到所需预成型样件，其中所述模具可根据对成品的不同需求，例如形状、规格等采用相应的模具，

这里需要指出的是在脱模后的初始阶段,得到的是外观与椎间融合器成品略有出入的预成型样件,待将预成型样件干燥后,由于其内部的水分挥发,使其外观更接近于椎间融合器成品,因此在本说明书中将干燥后的预成型样件改称为样件;此外步骤S4提及的预烧具体可以是将脱模干燥后的样件置于煅烧炉中,在氩气保护下以 $400^{\circ}\text{C}\sim 500^{\circ}\text{C}$ 预烧2~6小时,使样件的收缩率达到25%~35%;关于步骤S5,当然还可以根据使用者的需求,加工成各种形状;再有,步骤S6提及的二次烧结具体可以是将加工后的样件置于烧结炉中,缓慢加热到 $1200^{\circ}\text{C}\sim 1500^{\circ}\text{C}$,并保持3~5小时,使样件的收缩率达到12%~18%。通过对多孔钛样件收缩率的控制,可以使样件定型更为便捷、准确,易于机械加工。

[0037] 对于本实施例还可以进一步考虑的是,在实际操作中,步骤S1中提及的恒温均匀搅拌可以是采用 $200\text{r}/\text{min}\sim 600\text{r}/\text{min}$ 的搅拌速率在温度为 $70^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$ 的环境下,均匀搅拌6~10分钟;步骤S3中提及的冷藏保存具体可以是在 4°C 环境下保存4~6小时,而在室温条件下自然干燥可以是在温度为 $20^{\circ}\text{C}\sim 22^{\circ}\text{C}$ 、湿度为35%~70%的环境下,自然放置7~10天。

[0038] 通过上述步骤,能够得到符合理想骨长入条件的多孔钛椎间融合器,从而有效地解决现有的椎间融合器产品,其骨性愈合慢、容易出现松动、致密性较高以及融合效果较差等缺陷。

[0039] 此外,本领域技术人员还可以通过本发明的技术方案获得启示,根据患者实际情况(部位、方向、年龄、病理等因素的不同差异),按需调整多孔钛的弹性模量,以及调节多孔结构和大小,从而改变融合器的强度,更好地保证患者接受最合适强度的椎间融合器。

[0040] 综合上述实施例及优选方案,其中所使用的钛金属粉末可以为纯钛粉末、钛合金粉末或其他生物医用金属材料的混合粉末,例如钛钴合金等;而造孔剂则可以是下述任一种或多种组成:碳酸氢铵、氢化钛、尿素、石蜡,当然,造孔剂包括但不限于上述材料。

[0041] 本发明还提供了本发明还提供一种多孔钛椎间融合器,如图3所示,其包括融合器本体1,在融合器本体1的前端设有导向部2,用于将融合器导入所需植入的骨骼部位,该导向部的形状可为图中的圆弧状,也可以采用诸如子弹头结构、锥形结构等;在融合器本体1的上端面和下端面分别设有多个齿形结构3,在本实施例中,齿形结构3为齿形槽,齿形槽的数量、深度以及宽度可以根据实际需要进行调整,当然,在实际操作中,齿形结构3还可以是塔形的啮合小齿,小齿的数量、高度及密度等也可调整;在融合器本体的后端还设有用于夹持操作的夹持部4,在本实施例中,夹持部4是孔型结构,该孔的直径、深度等可根据所使用的夹持工具而定,在另一实施例中,夹持孔为内螺纹孔,用于安装夹持工具;接续上文,该椎间融合器实施例是采用上述的制备方法制成,并且该椎间融合器的多孔结构的孔径为 $300\mu\text{m}\sim 600\mu\text{m}$,孔隙率为50%~80%,弹性模量为 $1\text{GPa}\sim 5\text{GPa}$ 。

[0042] 这里需要说明的是,采用本发明提供的制备方法不仅可以制备如上结构的椎间融合器,也可以根据临床需要对椎间融合器的形态作进一步调整,例如在一个实施例中,在融合器本体1的上端面或下端面的一侧边沿处,还设有用于旋转的导角结构,例如可以是旋转斜面或导入面等;再有,需要特别指出的是,由于本发明制出的多孔钛材质具有良好的骨长入条件,因此,与现有的椎间融合器的结构相比,无需在融合器本体1上额外设置植骨仓和植骨孔,从而可以简化制备过程中的模具制作、机械加工等工序,进而能够提升制备效率;此外,通过本发明提供的制备方法获得的多孔钛材质,因其良好的医用特性,其在医用器材

领域可以拥有广泛的适用性,不仅可以制成椎间融合器,还可以制成其他内植物,例如具有可控撑开结构的人工椎体等,本领域技术人员可以通过本发明获得技术启发,拓展本发明的适用范围。

[0043] 图2所示是利用本实施例的制备方法得到的一种多孔钛椎间融合器的局部在电镜下的放大图样,具体制备过程如下:将钛合金粉末与碳酸氢铵发泡剂按照16:1比例混合后,以200r/min搅拌速率以及80℃恒温的条件下均匀搅拌10分钟后,倒入椎间融合器模具中冷却;脱模后得到椎间融合器预成型样件,将该预成型样件置于4℃的冰箱中保存4小时后,放到温度为22℃、湿度为60%的室温条件下,经过7天使其自然干燥;之后,将干燥后的样件放入烧结炉中,以450℃预烧制6小时后,按照椎间融合器的产品规格、尺寸,并在计算样件的收缩率后,进行机械加工;机加工后的样件再次放入烧结炉中以1200℃二次烧结5个小时,最终得到定型的椎间融合器成品,该成品的孔径为450 μ m,孔隙率55%,弹性模量为3GPa,即是一个达到理想骨植入条件的多孔钛椎间融合器成品。

[0044] 综上所述,本发明通过对烧结温度、造孔剂配比和样件收缩率的合理控制,提出了钛金属粉末烧结成多孔钛椎间融合器的制备工艺,制备出的多孔钛孔隙率适当,并具有完善的三维连通空隙结构,其贯通性良好,还具有利于骨组织长入和诱导骨组织在孔隙结构中形成的微米级小孔,能够加快骨的修复速度,并且力学性能与人体骨匹配,不会造成植入体早期的破坏或自体骨的应力吸收。

[0045] 进一步地,本发明的制备方法实施简单,成本低廉,通过烧制时对多孔钛收缩率的有效控制,产品二次烧结后直接符合产品型号规格要求,易于机械加工。

[0046] 并且,本发明提供的采用多孔钛材质的椎间融合器,能获得如下效果:

[0047] 1.其材料及结构的先进性能够为椎间融合提供足够的支撑强度,保证椎体间隙高度;

[0048] 2.多孔钛的弹性模量类似于松质骨,在椎间融合器与宿主皮质骨力的传导过程中,可以起到缓冲、过度作用,避免由于现有的椎间融合器因材料过硬而使内植物-骨界面间的剪力过大造成疲劳、断裂;

[0049] 3.通过在制备过程中调节多孔结构的大小,可改变椎间融合器的强度从而调节至最佳强度,达到有针对性的个体化需求,防止出现因现有的强度过高的椎间融合器导致骨折等并发症的出现,进而保证了使用者最适合的强度;

[0050] 4.本发明提出的多孔钛椎间融合器的材料孔径为300 μ m~600 μ m,孔隙率50%~80%,达到了理想骨长入的条件,且其多孔表面可以提供钙化组织多个成核中心,组织愈合反应加速,骨结合能力增强,使骨长入加快,因此多孔钛材质的椎间融合器可促进椎间融合术中所植入自体骨的爬入,促进两相邻椎体的骨性融合过程,保证椎间融合术的效果;

[0051] 5.多孔结构中还可以负载其他生物医用材料,例如载骨形态发生蛋白、抗生素(万古霉素等)、壳聚糖等,达到促进骨整合、抑菌及抗感染的目的,从而减少松动、椎间感染等相关并发症发生。

[0052] 以上依据图式所示的实施例详细说明了本发明的构造、特征及作用效果,以上所述仅为本发明的较佳实施例,但本发明不以图面所示限定实施范围,凡是依照本发明的构想所作的改变,或修改为等同变化的等效实施例,仍未超出说明书与图示所涵盖的精神时,均应在本发明的保护范围内。

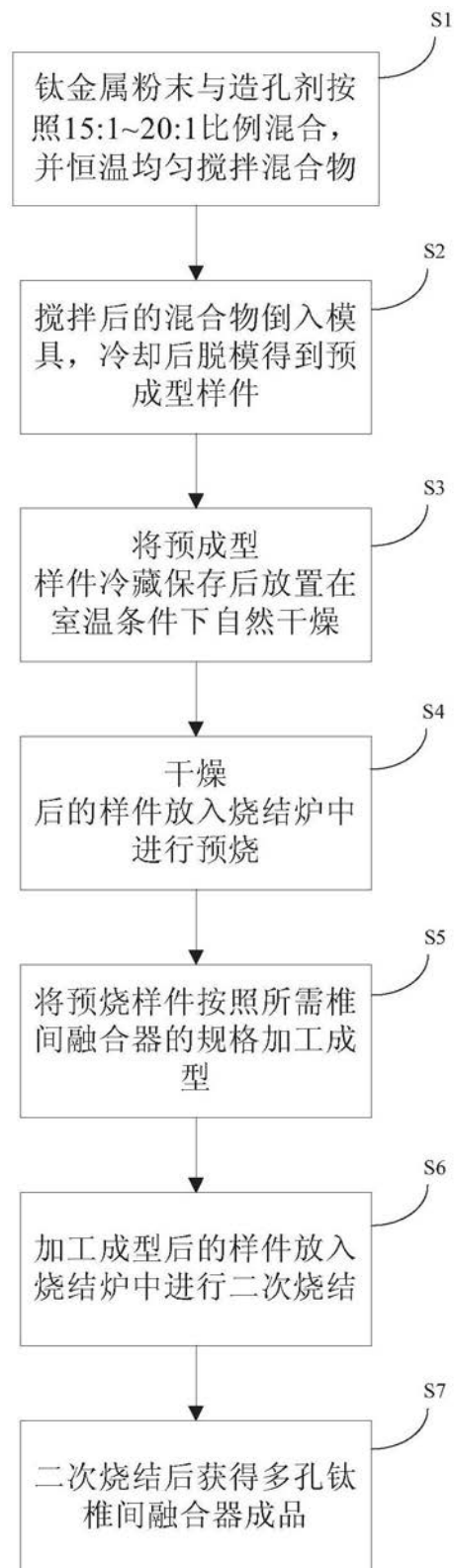


图1

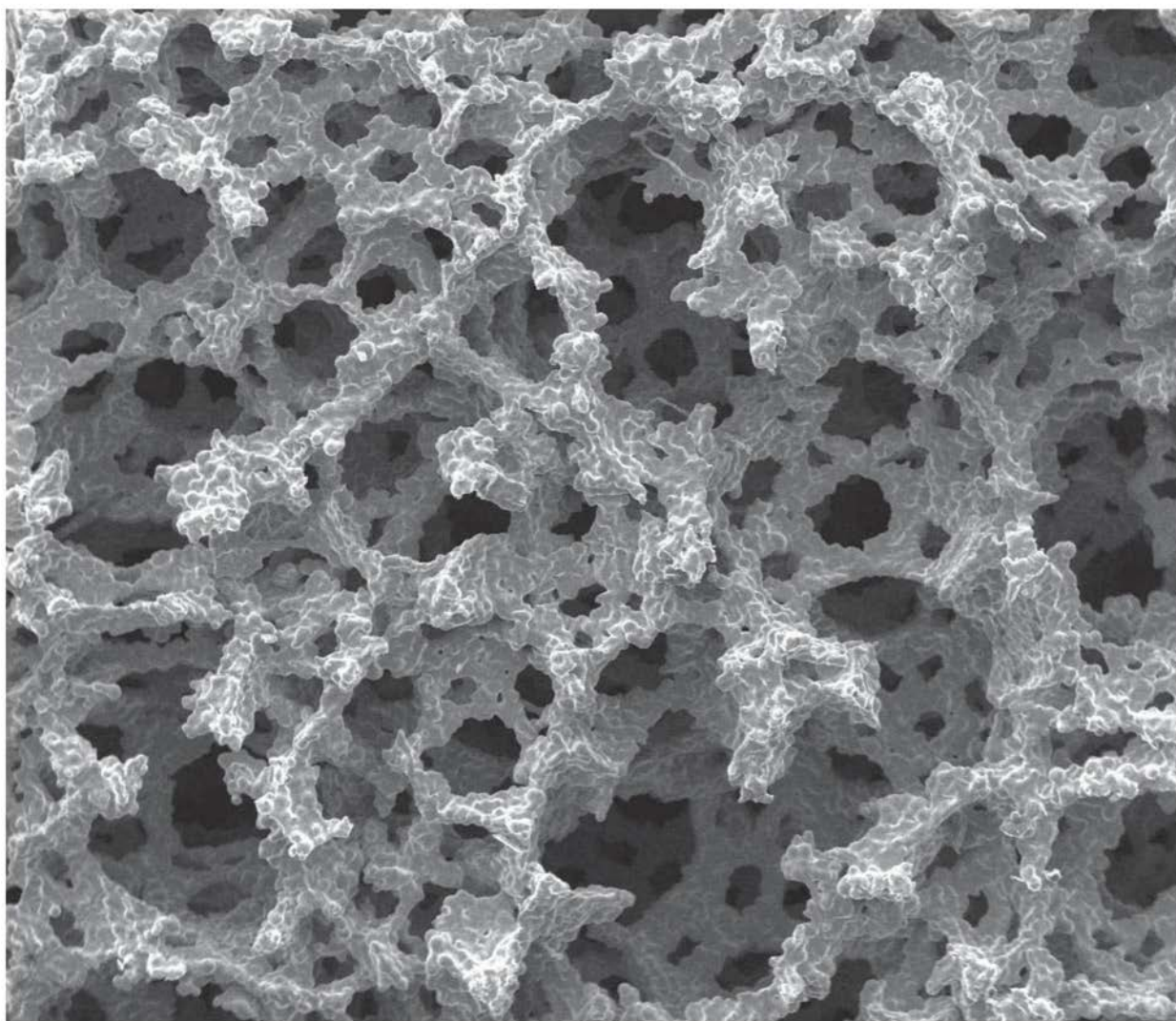


图2

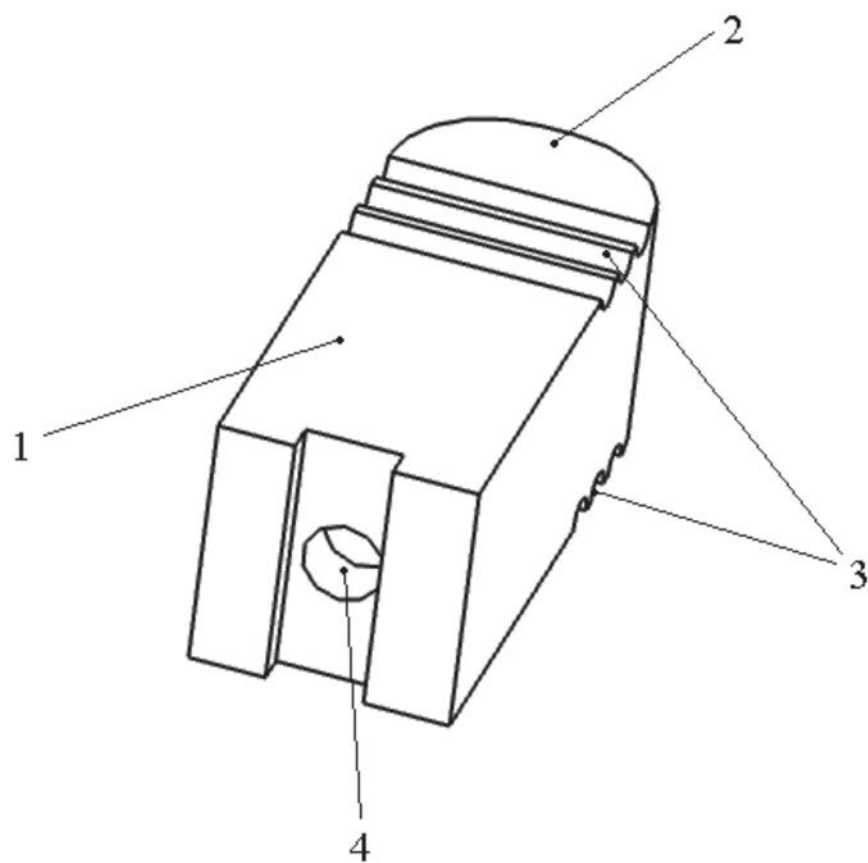


图3