



(12) **BẢN MÔ TẢ GIẢI PHÁP HỮU ÍCH THUỘC BẰNG ĐỘC QUYỀN
GIẢI PHÁP HỮU ÍCH**

(19) **Cộng hòa xã hội chủ nghĩa Việt Nam (VN)
CỤC SỞ HỮU TRÍ TUỆ**

(11)



2-0004252

(51) **A61L 27/06**
2022.01

(13) **Y**

(21) 2-2023-00147

(22) 30/03/2023

(45) 25/08/2025 449

(43) 26/06/2023 423A

(73) Đại học Bách Khoa Hà Nội (VN)

Số 1, Đại Cồ Việt, quận Hai Bà Trưng, thành phố Hà Nội

(72) Phạm Hùng Vượng (VN); Đặng Quốc Khánh (VN); Dương Hồng Quân (VN).

(54) **VẬT LIỆU TITAN XÓP BỀ MẶT VÀ PHƯƠNG PHÁP CHẾ TẠO VẬT LIỆU
NÀY**

(21) 2-2023-00147

- (57) Giải pháp hữu ích này đề cập đến phương pháp chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt có kích thước lỗ xốp nằm trong khoảng 98,5 μm - 233,6 μm , chiều sâu lỗ xốp 35,4 μm - 36,2 μm với số lượng lỗ xốp thông nhau tăng khi tăng nguồn điện 1 chiều (cường độ hoặc điện áp) gồm các bước: (1) chuẩn bị điện cực; (2) chuẩn bị dung dịch điện hoá; (3) quá trình điện hóa; (4) thu mẫu. Vật liệu titan xốp bề mặt được đề cập trong giải pháp hữu ích này được chế tạo bằng phương pháp điện hóa sử dụng nguồn điện 1 chiều ở nhiệt độ phòng.

Lĩnh vực kỹ thuật được đề cập

Giải pháp hữu ích này đề cập đến phương pháp chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt có kích thước lỗ xốp nằm trong khoảng 98,5 μm - 233,6 μm , chiều sâu lỗ xốp 35,4 μm - 36,2 μm với số lượng lỗ xốp thông nhau tăng khi tăng nguồn điện 1 chiều (cường độ hoặc điện áp). Vật liệu titan xốp bề mặt được đề cập trong giải pháp hữu ích này được chế tạo bằng phương pháp điện hóa sử dụng nguồn điện 1 chiều ở nhiệt độ phòng.

Tình trạng kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Vật liệu và chi tiết y sinh dùng trong cấy ghép xương và nha khoa y sinh sử dụng chủ yếu vật liệu titan do titan đáp ứng các yêu cầu cao về độ bền cơ học và tính tương thích sinh học. Mặc dù vậy, mô đun đàn hồi của titan khối có sự khác biệt khá lớn với mô đun đàn hồi của xương người do đó hạn chế ứng dụng của titan khối trong cấy ghép và nha khoa. Để khắc phục nhược điểm này các nhà công nghệ đang tập trung chế tạo vật liệu titan xốp một mặt để hạn chế sự khác biệt về cơ học mặt khác cấu trúc xốp giúp tăng cường sự gắn kết xương khi cấy ghép.

Có thể chế tạo cấu trúc xốp khối hoặc xốp bề mặt của vật liệu titan tùy thuộc vào các ứng dụng cụ thể. Đối với những chi tiết không chịu lực cao có thể sử dụng titan xốp khối. Ngược lại những chi tiết chịu lực cao titan xốp ở bề mặt được lựa chọn sử dụng.

Một số các nghiên cứu về chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt trên thế giới được liệt kê dưới đây. Năm 2007, nhóm tác giả Weichang Xue và các cộng sự đã sử dụng phương pháp thiêu kết bột titan bằng nguồn laser. Kết quả nghiên cứu cho thấy hàm lượng lỗ xốp có thể đạt 15 - 58 % và kích thước lỗ xốp đạt 100 - 800 μm tùy thuộc vào nguồn laser được sử dụng. Phương pháp thiêu kết sử dụng nguồn laser cho phép chế tạo vật liệu titan xốp có mật độ lỗ xốp không cao nhưng đây là phương pháp rất triển vọng để chế tạo vật liệu titan xốp cho y sinh. Năm 2012, nhóm tác giả V.H. Pham sử dụng phương pháp phun xạ chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt có kích thước lỗ xốp (40 - 50) nm và chiều dày lỗ xốp 300 nm. Đây là phương pháp hiệu quả chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt có kích thước nhỏ tuy nhiên hiệu suất tạo xốp không cao, mẫu cần chế tạo trong môi trường chân không nên chi phí chế tạo cao. Phương pháp truyền thống chế tạo vật liệu titan xốp khối là sử dụng phương pháp luyện kim bột. Để chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt sử dụng phương pháp luyện kim bột các bột vật liệu titan kết hợp với các bột kim loại có nhiệt độ nóng chảy thấp như đồng, nickel, indium, magie hoặc hợp chất dễ thăng hoa TiH_2 được sử dụng cùng với bột titan và được phủ lên bề mặt vật liệu để làm chất tạo xốp. Các kim loại có nhiệt độ nóng chảy thấp này sẽ bị bốc bay trong quá trình thiêu kết để tạo vật liệu titan xốp bề mặt. Phương pháp chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt theo phương pháp luyện kim bột cho năng suất cao tuy nhiên quy trình chế tạo phức tạp đòi hỏi nhiều công đoạn.

Vật liệu titan xốp cho y sinh ngoài cấu trúc xốp ra thì cần có các lỗ xốp đủ lớn cỡ μm và các lỗ xốp liên thông với nhau để tạo không gian cho các tế bào xương phát triển, gắn kết trên bề mặt vật liệu y sinh nhân tạo. Đây là một thách thức lớn với các nhà công nghệ vì hầu hết các phương pháp chế tạo vật liệu xốp hiện nay đều chỉ cho phép chế tạo vật liệu titan xốp và rất ít có phương pháp cho phép chế tạo vật liệu titan với các lỗ xốp có tính định hướng thông nhau. Theo hiểu biết của chúng tôi chỉ duy nhất có phương pháp phun xạ cho phép chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt và phương pháp đúc lạnh cho phép chế tạo vật liệu titan xốp có tính định hướng lỗ xốp thông nhau.

Từ việc điều tra khảo sát có hệ thống tình hình nghiên cứu, chúng tôi nhận thấy vấn đề nghiên cứu chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt để tận dụng ưu điểm về độ bền khối và tạo xốp bề mặt nhằm thay đổi tính chất cơ học ở bề mặt và tạo liên kết xương là vấn đề được các nhà công nghệ rất quan tâm và từ đó giúp cho việc phát hiện ra các tính chất mới, cấu trúc mới của vật liệu titan xốp.

Giải pháp hữu ích này đưa ra vật liệu titan xốp bề mặt có kích thước lỗ xốp $98,5 \mu\text{m} - 233,6 \mu\text{m}$, với thành phần gồm cấu trúc xốp bề mặt với chiều sâu lỗ xốp tới $35,4 \mu\text{m} - 36,2 \mu\text{m}$ và các lỗ xốp có tính định hướng thông nhau được chế tạo bằng phương pháp điện hóa ở nhiệt độ thường.

Bản chất kỹ thuật của giải pháp hữu ích

Mục đích của giải pháp hữu ích này là đưa ra phương pháp chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt có kích thước lỗ xốp cỡ μm . Khi tăng nguồn điện (dòng điện hoặc điện áp) đặt vào điện cực kích thước lỗ xốp hình thành trên bề mặt tăng lên (hình 1, hình 2), chiều sâu lỗ xốp vào khoảng $35,4 \mu\text{m} - 36,2 \mu\text{m}$ (hình 3), các lỗ xốp có tính định hướng thông nhau và sự định hướng này có thể được điều chỉnh (hình 4). Vật liệu titan xốp theo giải pháp hữu ích này khác biệt ở chỗ: Các lỗ xốp chỉ xuất hiện trên bề mặt khối titan và vật liệu xốp này được chế tạo bằng phương pháp điện hóa đơn giản sử dụng nguồn điện 1 chiều ở nhiệt độ thường.

Các ưu điểm nêu trên và khác nữa của vật liệu titan xốp bề mặt theo giải pháp hữu ích này sẽ được mô tả chi tiết hơn dưới đây có dựa vào các hình vẽ kèm theo qua ví dụ thực hiện, phần mô tả dưới đây chỉ nhằm mục đích minh họa mà không làm giới hạn phạm vi ứng dụng của giải pháp hữu ích.

Mô tả vắn tắt các hình vẽ

Hình 1 là ảnh hiển vi kỹ thuật số thể hiện cấu trúc của mẫu titan xốp bề mặt chế tạo bằng phương pháp điện hóa khi thay đổi cường độ dòng điện.

Hình 2 là ảnh hiển vi kỹ thuật số thể hiện cấu trúc của mẫu titan xốp bề mặt chế tạo bằng phương pháp điện hóa khi thay đổi điện áp.

Hình 3 là ảnh minh họa chiều sâu lỗ xốp của mẫu titan xốp bề mặt chế tạo bằng phương pháp điện hóa sử dụng cường độ dòng điện $1,5 \text{ A}$ và điện áp 100 V

Hình 4 là hình minh họa ảnh hưởng của cường độ dòng điện đến số lượng các lỗ xốp thông nhau trên một đơn vị diện tích $15 \times 10^5 \mu\text{m}^2$.

Mô tả chi tiết giải pháp hữu ích

Vật liệu titan xốp bề mặt được chế tạo bằng phương pháp điện hóa bao gồm các bước sau:

Bước 1: Chuẩn bị Điện cực

- Điện cực anốt: Tấm titan kích thước 10×10 mm, độ tinh khiết > 99%, được mài với giấy nhám cỡ 800, rửa sạch bằng axeton rồi ngâm trong nước cất và rung siêu âm, sau đó rửa sạch bằng nước cất một lần nữa rồi sấy khô ở 100 °C trong 15 phút. Nối với cực dương của nguồn điện một chiều.
- Điện cực catốt: Tấm kim loại platin, kích thước 50×10 mm được rửa sạch bằng axeton, ngâm trong nước cất và rung siêu âm, sau đó rửa sạch bằng nước cất một lần nữa sấy khô ở 100 °C trong 15 phút. Nối với cực âm của nguồn điện một chiều.
- Điện cực anốt và điện cực catốt được treo cố định đối diện nhau trong bình điện hóa, khoảng cách giữa 2 điện cực là 70 mm.

Bước 2: Chuẩn bị dung dịch điện hoá:

- Dung dịch điện hóa được pha theo tỉ lệ xác định với sự hòa lẫn giữa 4 thành phần là dung môi ethylene glycol, muối florua, nước cất và muối ErCl_3 hỗn hợp dung dịch điện hóa chứa trong bình điện hóa dung tích lớn hơn 250 ml.

Pha 1,2 ml nước cất hòa tan hoàn toàn 400 mg muối NH_4F và 10 - 120 mg muối $\text{ErCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$

Sau đó rót thêm 60 ml ethylene glycol, khuấy từ trong 15 phút để dung dịch đồng nhất.

Bước 3: Bắt đầu quá trình điện hóa

- Hệ được lắp trong tủ hút để loại bỏ khí thoát ra trong quá trình phản ứng.
- Trong quá trình chế tạo, dung dịch điện hóa được khuấy đều liên tục bằng máy khuấy từ, đảm bảo mức độ đồng nhất dung dịch được giữ ổn định.
- Giữ ổn định dung dịch điện hóa và cấp nguồn điện một chiều cho mạch: thay đổi dòng điện từ 0,5 - 4 A hoặc thay đổi điện áp trong khoảng 50 - 400 V cấp vào hệ để điều chỉnh cấu trúc lỗ xốp. Lỗ xốp hình thành trên bề mặt điện cực kim loại titan tại nhiệt độ phòng sau thời gian điện hóa 60 phút.

Bước 4: Thu mẫu: Mẫu sau khi điện phân được rửa sạch bằng nước cất để lọc sạch dung dịch vẫn còn bám trên tấm, sấy khô thu được mẫu titan xốp bề mặt.

Ví dụ thực hiện giải pháp hữu ích

Giải pháp hữu ích sẽ trở nên rõ ràng hơn qua ví dụ. Sáng chế hiện tại không bị giới hạn bởi các ví dụ này.

Chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt trên mẫu tấm titan kích thước 10 x 10 mm.

Mài cơ học tấm titan trên giấy nhám 800.

Rửa mẫu titan trong axeton và nước cất có sử dụng máy rung siêu âm để làm sạch. triệt để, sấy khô mẫu ở 100 °C trong 4h.

Kết nối tấm titan với điện cực dương của nguồn điện 1 chiều.

Pha 1,2 ml nước cất hòa tan hoàn toàn 400 mg muối NH_4F và 30mg muối $\text{ErCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$.

Sau đó rót thêm 60 ml ethylene glycol, khuấy từ trong 15 phút để dung dịch đồng nhất.

Rửa điện cực platin trong axeton và nước cất có sử dụng máy rung siêu âm để làm sạch triệt để, sấy khô mẫu ở 100 °C trong 15 phút.

Kết nối điện cực platin với điện cực âm của nguồn điện 1 chiều.

Điều chỉnh dòng điện của nguồn 1 chiều từ 0,5 - 4 A trong khi điện áp giữ cố định 100 V, thay đổi điện áp 50 - 400 V đồng thời giữ dòng điện cố định dòng điện ở 0,5 A và duy trì trong thời gian 60 phút.

Thu mẫu, rửa mẫu trong axeton và nước cất sử dụng máy rung siêu âm.

Sấy khô mẫu ở 100 °C trong 15 phút và thu nhận mẫu.

Hiệu quả đạt được của giải pháp hữu ích

Thiết bị chế tạo là nguồn 1 chiều, hệ dung dịch điện hóa đơn giản, lỗ xốp hình thành trên bề mặt titan sau khoảng 60 phút điện hóa với cấu trúc lỗ xốp thông nhau. So với các phương pháp chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt chế tạo bằng phương pháp laser, phun xạ, hoặc thiêu kết nhiệt độ cao thì vật liệu titan xốp bề mặt chế tạo bằng phương pháp điện hóa trong giải pháp hữu ích này kinh tế hơn do chỉ sử dụng nguồn điện 1 chiều, thời gian thu được mẫu xốp ngắn và đặc biệt cho phép điều chỉnh sự định hướng thông nhau của các lỗ xốp.

Yêu cầu bảo hộ

1. Phương pháp chế tạo vật liệu titan xốp bề mặt bằng phương pháp điện hóa gồm các bước sau:

bước 1: chuẩn bị điện cực

điện cực anot: tấm titan kích thước 10×10 mm, độ tinh khiết $> 99\%$, được mài với giấy nhám cỡ 800, rửa sạch bằng axeton rồi ngâm trong nước cất và rung siêu âm, sau đó rửa sạch bằng nước cất một lần nữa rồi sấy khô ở 100°C trong 15 phút;

điện cực catốt: tấm kim loại platin, kích thước 50×10 mm được rửa sạch bằng axeton, ngâm trong nước cất và rung siêu âm, sau đó rửa sạch bằng nước cất một lần nữa sấy khô ở 100°C trong 15 phút;

điện cực anot và điện cực catốt được treo cố định đối diện nhau trong bình điện hóa, khoảng cách giữa 2 điện cực là 70 mm;

nối điện cực anot với cực dương của nguồn điện một chiều, nối điện cực catốt với cực âm của nguồn điện một chiều;

bước 2: chuẩn bị dung dịch điện hóa:

dung dịch điện hóa được pha theo tỉ lệ xác định với sự hòa lẫn giữa 4 thành phần là dung môi ethylene glycol, muối florua (NH_4F), nước cất và $\text{ErCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, hỗn hợp dung dịch điện hóa chứa trong bình điện hóa dung tích lớn hơn 250 ml:

pha 1,2 ml nước cất hòa tan hoàn toàn 400 mg muối florua (NH_4F) và từ 10 - 120 mg muối $\text{ErCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$;

sau đó rót thêm 60 ml ethylene glycol, khuấy từ trong 15 phút để dung dịch đồng nhất;

trong quá trình chế tạo, dung dịch điện hóa được khuấy đều liên tục bằng máy khuấy từ, đảm bảo mức độ đồng nhất dung dịch được giữ ổn định;

bước 3: quá trình điện hóa

hệ được lắp trong tủ hút để loại bỏ khí thoát ra trong quá trình phản ứng;

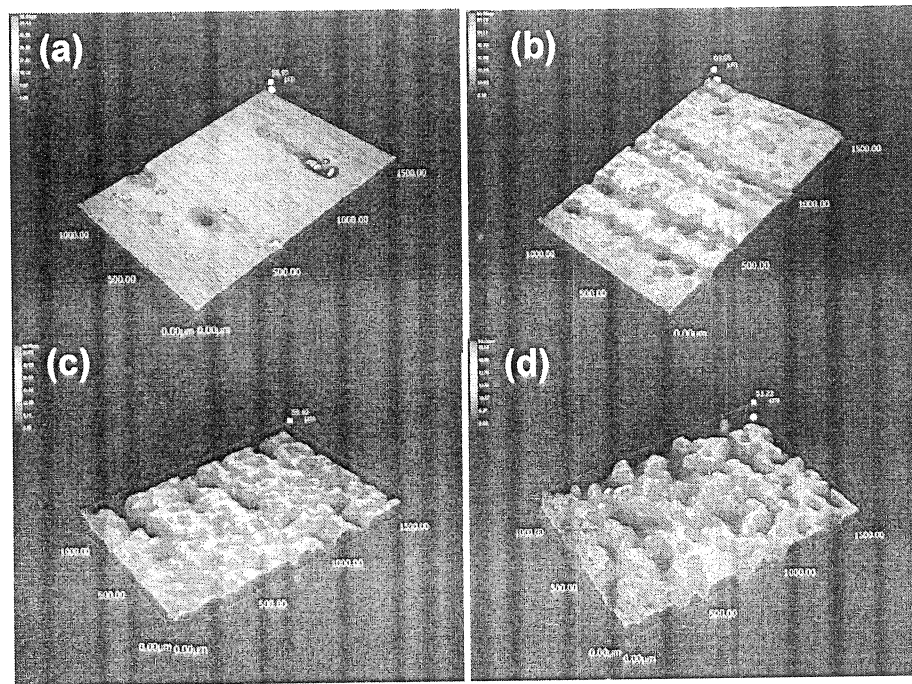
giữ ổn định dung dịch điện hóa; cấp nguồn điện một chiều cho mạch theo các thông số: giá trị dòng điện từ 0,5 - 4 A và điện áp trong khoảng 50 - 400 V cấp vào hệ để điều chỉnh cấu trúc lỗ xốp; lỗ xốp hình thành trên bề mặt điện cực kim loại titan tại nhiệt độ phòng sau thời gian điện hóa 60 phút;

bước 4: thu mẫu

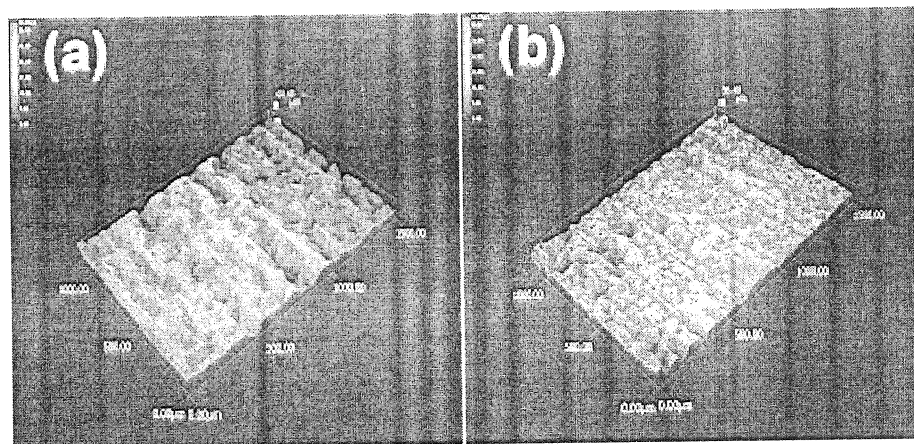
mẫu sau khi điện hóa được rửa sạch bằng nước cất để lọc sạch dung dịch vẫn còn bám trên tấm, sấy khô thu được mẫu titan xốp bề mặt.

2. Phương pháp chế tạo theo điểm 1, trong đó lượng muối $\text{ErCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ là từ 10 - 120 mg; tốt hơn là: lượng muối $\text{ErCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ là từ 10 - 50 mg; tốt nhất là: lượng muối $\text{ErCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ là 20 mg.

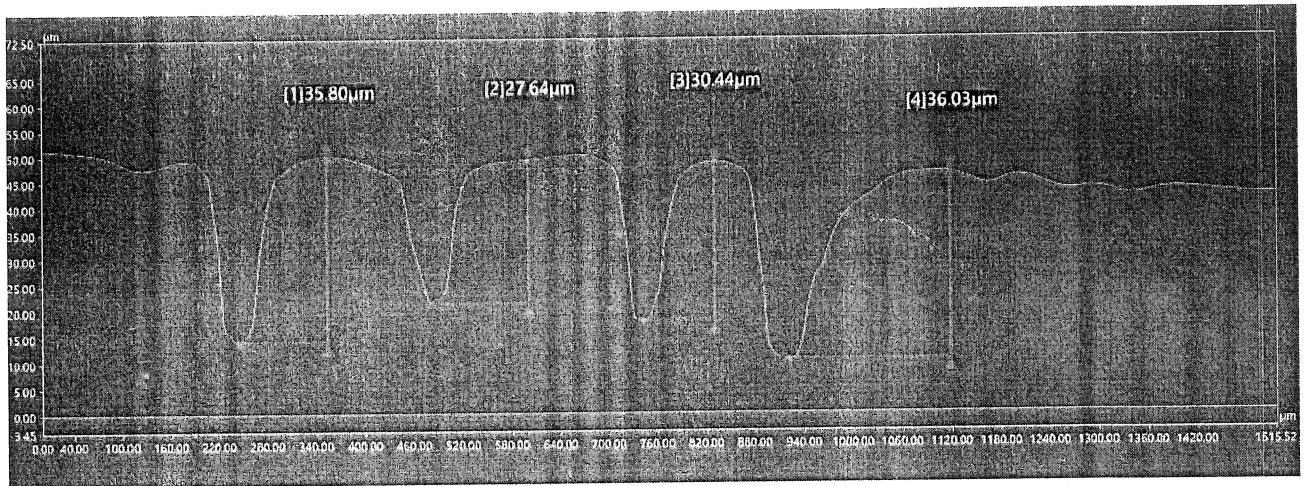
3. Phương pháp chế tạo theo điểm 1 hoặc điểm 2, trong đó cấp nguồn điện một chiều cho mạch theo các thông số: giá trị dòng điện từ 0,5 - 4 A và điện áp trong khoảng 50 - 400 V; tốt hơn là: giá trị dòng điện từ 1 - 2 A và điện áp trong khoảng 100 - 200 V; tốt nhất là giá trị dòng điện: 1,5 A và điện áp 100 V.
4. Vật liệu titan xốp bề mặt được chế tạo theo điểm bất kỳ trong số các điểm 1-3, có kích thước lỗ xốp trung bình khoảng 98,5 μm - 233,6 μm và chiều sâu lỗ xốp 35,4 μm - 36,2 μm , có các lỗ xốp thông nhau.



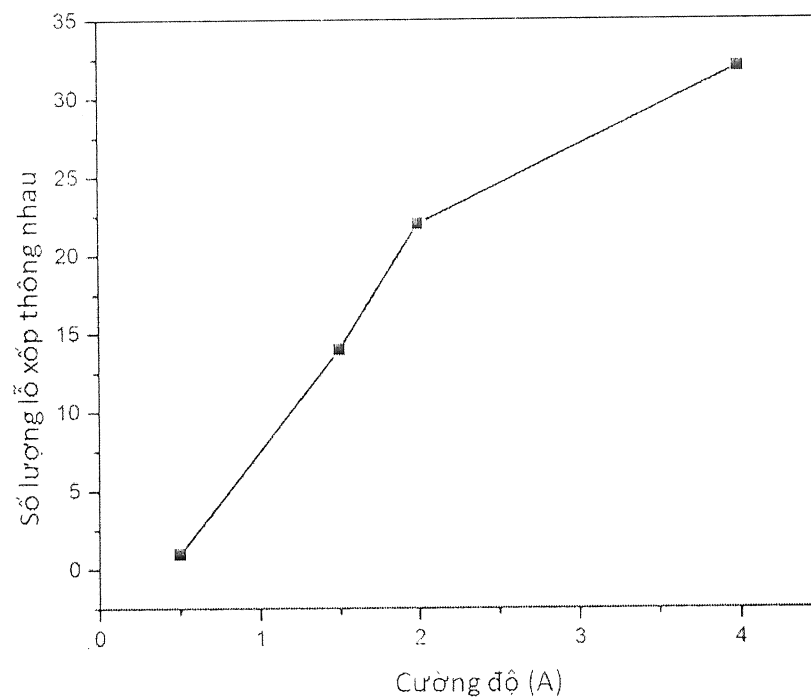
Hình 1. Ảnh hưởng của dòng điện đến cấu trúc lỗ xốp bề mặt titan. a: 0,5 A, b: 1,5A, c: 2A, d: 4A, điện áp giữ cố định 100V.



Hình 2. Ảnh hưởng của điện áp đến cấu trúc lỗ xốp bề mặt titan. a: 300V, b: 400V. Dòng điện giữ cố định 0,5A.



Hình 3. Chiều sâu lỗ xốp của mẫu titan xốp bề mặt chế tạo ở dòng điện 1,5A và điện áp 100V.



Hình 4. Ảnh hưởng của cường độ dòng điện đến số lượng các lỗ xốp thông nhau