

# **CERCETĂRI PRIVIND COMPORTAREA MATERIALELOR DESTINATE IMPLANTĂRII OSOASE CONFORM NORMELOR EUROPENE DE CALITATE**

Teză destinată obținerii  
titlului științific de doctor inginer  
la  
Universitatea "Politehnica" din Timișoara  
în domeniul INGINERIE MECANICĂ  
de către

**ing. Camelia Demian**

Conducător științific:

prof.univ.dr.ing. Doina Drăgulescu

prof.univ.dr.ing. Viorel Aurel Șerban

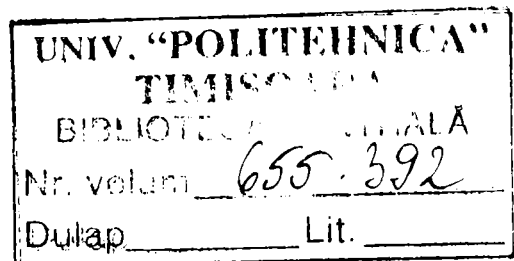
Referenți științifici:

prof.univ.dr.ing. Ioan Vida Simiti

prof.dr.med. Horia Vermeșan

prof.univ.dr.ing. Roland Cucuruz

Ziua susținerii tezei: 10.11.2007



Seriile Teze de doctorat ale UPT sunt:

- |                        |   |
|------------------------|---|
| 1. Automatică          | 7. Inginerie Electronică și Telecomunicații |
| 2. Chimie              | 8. Inginerie Industrială                    |
| 3. Energetică          | 9. Inginerie Mecanică                       |
| 4. Ingineria Chimică   | 10. Știința Calculatoarelor                 |
| 5. Inginerie Civilă    | 11. Știința și Ingineria Materialelor       |
| 6. Inginerie Electrică |   |

Universitatea „Politehnica” din Timișoara a inițiat seriile de mai sus în scopul diseminării expertizei, cunoștințelor și rezultatelor cercetărilor întreprinse în cadrul școlii doctorale a universității. Seriile conțin, potrivit H.B.Ex.S Nr. 14 / 14.07.2006, tezele de doctorat susținute în universitate începând cu 1 octombrie 2006.

Copyright © Editura Politehnica – Timișoara, 2006

Această publicație este supusă prevederilor legii dreptului de autor. Multiplicarea acestei publicații, în mod integral sau în parte, traducerea, tipărirea, reutilizarea ilustrațiilor, expunerea, radiodifuzarea, reproducerea pe microfilme sau în orice altă formă este permisă numai cu respectarea prevederilor Legii române a dreptului de autor în vigoare și permisiunea pentru utilizare obținută în scris din partea Universității „Politehnica” din Timișoara. Toate încălcările acestor drepturi vor fi penalizate potrivit Legii române a drepturilor de autor.

România, 300159 Timișoara, Bd. Republicii 9,  
tel. 0256 403823, fax. 0256 403221  
e-mail: editura@edipol.upt.ro

## Cuvânt înainte

Lucrarea de față se înscrie în cadrul cercetărilor care au ca scop îmbunătățirea calității implantelor utilizate pentru sistemul osos, creșterea performanțelor acestor implante prin utilizarea unor materiale și tehnologii avansate și adaptarea la cerințele impuse de normativele din domeniu.

Studiile teoretice și cercetările experimentale cuprinse în lucrare au fost realizate, sub conducerea d-nei prof.dr.ing. Doina DRĂGULESCU, în cadrul *Bazei de Cercetare cu Utilizatori Multipli – Centrul de Modelare a Protezării și Intervențiilor Chirurgicale asupra Scheletului Uman BCUM-CMPICSU* și extinderilor sale, *Laboratorul de microproducție a implantelor chirurgicale faciale și ortopedice LOPIFO* și *Laboratorul de încercări CIDUCOS (Laborator de Certificare a Implantelor și Distractoarelor Utilizate în Chirurgia Osoasă și Stomatologie)* din Universitatea „Politehnica” din Timișoara, care au asigurat baza materială pentru marea majoritatea a experimentelor, precum și posibilitatea unei documentări corespunzătoare și finanțarea cercetărilor prin intermediul unor granturi de cercetare și contracte cu firme din zonă.

Activitatea desfășurată în cadrul acestor cercetări în domeniul analizei materialelor a contribuit la perfecționarea metodologiei de investigație și la acumularea unei bogate experiențe, dar și a unor date, care au permis inclusiv ilustrarea aspectelor teoretice prezentate în cadrul lucrării cu exemple obținute în urma cercetărilor proprii (aspecte macroscopice, analize microscopice, analize de avarii, etc.).

Demian, Camelia

**Cercetări privind comportarea materialelor destinate  
implantării osoase conform normelor europene de calitate**

Teze de doctorat ale UPT, Seria 9, Nr. 11, Editura Politehnica, 2007,  
296 pagini, 195 figuri, 86 tabele.

ISSN: 1842-4937

ISBN: 978-973-625-512-0

Cuvinte cheie:

material biocompatibil, implante chirurgicale, standard, coroziune, oțel  
inoxidabil austenitic fără nichel, avarii

Rezumat:

Lucrarea de față abordează tema îmbunătățirii calității implantelor chirurgicale și a dispozitivelor medicale utilizate la repararea defectelor sistemului osos. Sunt prezentate principalele clase de materiale utilizate la fabricarea implantelor osoase, precum și posibilitatea dezvoltării de materiale biocompatibile noi (oțeluri inoxidabile austenitice fără nichel, materiale sinterizate, ș.a.). Totodată, sunt prezentate principalele reglementări legislative și standarde cu privire la dispozitivele medicale, precum și la implantele chirurgicale și stadiul actual al implementării acestora în România. În lucrare este analizat efectul mediului biologic asupra implantelor chirurgicale și particularitățile comportării la coroziune a metalelor și aliajelor biocompatibile în mediu biologic simulat și se prezintă o serie de analize și încercări efectuate în scopul evaluării influenței proceselor tehnologice (deformare plastică, tratamente termice) asupra rezistenței la coroziune în medii biologice a unor materiale biocompatibile utilizate la fabricarea implantelor osoase (oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L și titan comercial pur). În scopul îmbunătățirii calității implantelor chirurgicale, dar și a procesului de implantare sunt analizate o serie de implante recuperate și cauzele ce duc la avarierea acestora, precizându-se reglementările privind evaluarea comportării implantului în mediul biologic, studiile fiind completate prin analiza stării de tensiuni și deformații a câtorva dintre aceste implante recuperate.

INTRODUCERE	7
1. BIOMATERIALE ȘI ȘTIINȚA BIOMATERIALELOR	9
1.1 Noțiuni generale	9
1.2 Caracteristici ale științei biomaterialelor	11
1.3 Stadiul actual în domeniul biomaterialelor pentru implante osoase	16
<i>Concluzii</i>	37
2. STANDARDIZAREA ÎN DOMENIUL IMPLANTELOR OSOASE	38
2.1 Reglementări legislative privind dispozitivele medicale	38
2.1.1 Reglementări privind cerințele standardelor în domeniul dispozitivelor medicale	40
2.2 Standardizarea în domeniul calității implantelor osoase	44
2.2.1 Strategii globale privind certificarea calității	44
2.2.2 Reglementări privind selecția și utilizarea biomaterialelor	47
2.2.3 Controlul proiectării și analiza de risc	48
2.2.4 Controlul producției	49
2.2.5 Procese clinice	49
2.2.6 Conservarea și depozitarea dispozitivelor medicale	50
2.2.7 Reglementări privind modificarea dispozitivelor medicale	50
2.2.8 Procesul de dezvoltare al standardizării	51
2.2.9 Reglementări privind standardizarea dispozitivelor medicale în România	52
2.3 Standarde românești și internaționale în domeniul implantării osoase	56
2.3.1 Standarde de materiale	56
2.3.2 Standarde pentru implante chirurgicale	61
2.3.3 Standarde pentru încercări specifice	71
2.3.4 Standarde de biocompatibilitate	74
<i>Concluzii</i>	88
3. STUDII DE LABORATOR PRIVIND COMPORTAREA BIOMATERIALELOR ÎN MEDIUL BIOLOGIC	89
3.1 Forme de coroziune specifice materialelor utilizate la implante osoase	89
3.2 Efectul mediului biologic asupra implantelor chirurgicale	95
3.3 Particularități ale comportării la coroziune pentru metalele și aliajele biocompatibile	96
3.4 Influența procesului de deformare plastică la rece asupra structurii, tensiunilor interne și rezistenței la coroziune	97
3.4.1 Experiza și diagnoza oțelului inoxidabil AISI 316L deformat plastic la rece prin microscopie și analiză structurală	99
3.4.2 Expertiza și diagnoza titanului pur deformat plastic la rece prin microscopie și analiză structurală	111
3.5 Determinarea experimentală a vitezei de coroziune	129
3.5.1 Prezentarea metodei de determinare	129
3.5.2 Comportarea la coroziune în mediu biologic simulat a unor oțeluri inoxidabile austenitice	130

3.6 Prevenirea coroziunii	154
<i>Concluzii</i>	157
<b>4. STUDII ȘI CERCETĂRI PRIVIND UTILIZAREA OȚELURILOR INOXIDABILE FĂRĂ NICHEL LA REALIZAREA IMPLANTELOR OSOASE</b>	158
4.1 Necesitatea utilizării oțelurilor inoxidabile fără nichel	158
4.2 Reglementări privind utilizarea oțelurilor inoxidabile fără nichel	160
4.3 Direcții de dezvoltare ale oțelurilor inoxidabile fără nichel	163
4.4 Experimentări de laborator privind elaborarea și structura oțelurilor inoxidabile fără nichel	173
<i>Concluzii</i>	179
<b>5. STUDII EXPERIMENTALE ASUPRA AVARIERII IMPLANTELOR ȘI DISPOZITIVELOR MEDICALE</b>	180
5.1 Analiza cauzelor care conduc la avarierea implantelor ortopedice	180
5.1.1 Scopul activității de recuperare și evaluare a implantelor	184
5.1.2 Etapele procesului de recuperare și evaluare a implantelor	185
5.1.3 Reglementări privind evaluarea comportării implantului în mediul biologic	186
5.2 Rolul procesului de recuperare și analiză în dezvoltarea implantelor osoase	187
5.3 Aplicarea metodei elementului finit la studiul stării de tensiuni și deformații din femur	233
5.3.1 Modelarea numerică a osteosintezei fracturilor femurale	234
5.3.2 Analiza experimentală cu elemente finite a implantelor pentru rezolvarea fracturilor de femur	236
5.4 Analiza ruperii prin oboseală în cazul implantelor osoase recuperate	251
<i>Concluzii</i>	255
<b>CONCLUZII, CONTRIBUȚII ORIGINALE ȘI DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE</b>	257
<i>Anexa 1</i>	264
<i>Anexa 2</i>	276
<i>Anexa 3</i>	278
<i>Anexa 4</i>	280
<b>BIBLIOGRAFIE</b>	281

## INTRODUCERE

Tema lucrării **Cercetări privind comportarea materialelor destinate implantării osoase conform normelor europene de calitate** urmărește îmbunătățirea calității implantelor utilizate pentru sistemul osos prin utilizarea unor materiale și tehnologii avansate și cu respectarea cerințelor impuse de normativele din domeniu.

Capitolul 1 al lucrării, **Biomateriale și știința biomaterialelor**, cuprinde o analiză a stadiului actual în domeniul materialelor utilizate pentru realizarea unor implante osoase, precum și o serie de tendințe previzibile atât în ceea ce privește utilizarea unor materiale noi (oțeluri inoxidabile austenitice fără nichel, aliaje de tantal, compozite biocompatibile), cât și în domeniul unor tehnologii moderne, care pot contribui la îmbunătățirea performanțelor biomaterialelor utilizate la ora actuală (metalurgia pulberilor, acoperiri ceramice). Sunt prezentate noțiunile de *biocompatibilitate* și *material biocompatibil*, precum și obiectul *Științei biomaterialelor*, un domeniu multidisciplinar dezvoltat în ultimii ani în scopul dezvoltării și caracterizării materialelor biocompatibile. Pentru exemplificarea principalelor clase de materiale biocompatibile au fost analizate, din punct de vedere al compoziției chimice și microstructurii, mai multe implante comerciale, precum și o serie de materiale elaborate în mod experimental. Sunt prezentate totodată efectele unor tehnologii de prelucrare (deformare plastică, tratamente termochimice, sudare, acoperiri) asupra stucturii și proprietăților materialelor biocompatibile.

În capitolul 2, **Standardizarea în domeniul implantelor osoase**, sunt analizate principalele reglementări legislative și standarde referitoare la dispozitivele medicale și, în mod concret, la implantele folosite pentru sistemul osos. Sunt analizate o serie de aspecte privind standardizarea în domeniul calității implantelor osoase, reglementările privind selecția și utilizarea biomaterialelor, controlul proiectării și analiza de risc, controlul producției, procesele clinice, conservarea și depozitarea dispozitivelor medicale, precum și reglementările privind modificarea dispozitivelor medicale.

În mod deosebit sunt analizate standarde din domeniul materialelor utilizate pentru implante osoase (standarde pentru materiale metalice biocompatibile, standarde referitoare la bioceramice și biopolimeri), standardele care cuprind clasificarea și definirea diferitelor tipuri de implante, precum și standardele referitoare la încercări specifice biomaterialelor și implantelor medicale (standarde de biocompatibilitate).

Capitolul 3, **Studii de laborator privind comportarea biomaterialelor în mediul biologic** prezintă o analiză a formelor de coroziune specifice materialelor utilizate la implante osoase, efectul mediului biologic asupra implantelor chirurgicale și particularitățile comportării la coroziune a metalelor și aliajelelor biocompatibile.

În acest capitol sunt cuprinse rezultatele încercărilor experimentale, care au urmărit stabilirea influenței proceselor de deformare plastică la rece asupra structurii, tensiunilor interne și rezistenței la coroziune a oțelului inoxidabil AISI 316L și a titanului pur comercial Clasa 2, deformate plastic la rece. În acest scop, au fost analizate structurile acestor materiale în stare de livrare și după aplicarea unor grade de deformare diferite și au fost determinate valorile tensiunilor interne prin difracție de raze X. S-a analizat totodată efectul unor tratamente termice asupra

nivelului tensiunilor interne. Pentru toate stările analizate a fost studiată comportarea la coroziune în mediu biologic simulat, determinându-se valoarea vitezei de coroziune și efectul coroziunii asupra suprafeței materialului.

În capitolul 4, **Studii și cercetări privind utilizarea oțelurilor inoxidabile fără nichel la realizarea implantelor osoase**, se prezintă cauzele care au condus la tendința de eliminare a nichelului din compoziția chimică a oțelurilor inoxidabile austenitice, reglementările privind utilizarea oțelurilor inoxidabile fără nichel, precum și direcțiile de dezvoltare și posibilitățile tehnologice, care permit obținerea acestor materiale. Capitolul mai cuprinde o serie de experimentări de laborator având ca scop elaborarea și analiza structurală a unor oțeluri inoxidabile fără nichel. Sunt prezentate condițiile tehnologice de elaborare, compoziția chimică, structura și comportarea la coroziune a unuia dintre aliajele elaborate.

Capitolul 5, **Studii experimentale asupra avarierii implantelor și dispozitivelor medicale**, cuprinde o analiză a cauzelor care conduc la avarierea implantelor ortopedice, a rolului procesului de recuperare și analiză în dezvoltarea implantelor osoase și precizează etapele procesului, împreună cu reglementările privind evaluarea comportării implantului în mediul biologic. Capitolul mai cuprinde un program experimental prin care se analizează mecanismul de avariere a unor implantate chirurgicale, folosite pentru osteosinteza fracturilor femurale și a unor fracturi ale membrelor superioare de tipul plăcuțelor de osteosintează, recuperate de la diverși pacienți tratați în cadrul *Clinicii I Ortopedie - Traumatologie Timișoara* în perioada 2002 – 2007.

Rezultatele experimentale sunt completate, în cazul implantelor osoase recuperate, prin aplicarea metodei elementelor finite la studiul stării de tensiuni și deformații din femur și analiza ruperii prin oboseală folosind ecuația NASGRO introdusă de *National Aeronautics and Space Administration (NASA)* și *European Space Agency (ESA)*.

În ultima parte, lucrarea cuprinde o serie de concluzii și considerații finale, în care se insistă pe prezentarea contribuțiilor originale în domeniul studiat și se precizează direcțiile noi de cercetare evidențiate în urma cercetărilor din cadrul tezei.



# 1. BIOMATERIALE ȘI ȘTIINȚA BIOMATERIALELOR

## 1.1 Noțiuni generale

Biomaterialele reprezintă un domeniu interesant și complex cu aproape o jumătate de secol de existență, în care cercetările din domeniul științei materialelor sunt completate cu aspecte de medicină, biologie și chimie.

Pe lângă utilizarea de bază în aplicații medicale, biomaterialele sunt utilizate și la dezvoltarea celulelor în culturi, pentru a analiza proteinele din sânge în laboratoare clinice, în aplicații biotehnologice, la implante, în domeniile de diagnosticare genetică, în culturile acvatiche și la investigațiile celulelor siliconice (biocipuri). Elementul comun al acestor utilizări îl reprezintă interacțiunea dintre sistemele biologice și cele artificiale sau modificarea materialelor naturale.

În aplicațiile medicale, biomaterialele sunt mai rar utilizate ca materiale izolate, fiind incluse, în mod obișnuit, în dispozitive medicale sau implante de mare complexitate.

În cazul altor utilizări ale materialelor biocompatibile este important efectul materialelor asupra mediului, adică al țesutului gazdă al dispozitivului (prin reacții alergice, infecții, etc.), dar și influența mediului, care poate duce la scoaterea din uz a dispozitivului medical.

Acțiunea unui biomaterial trebuie analizată în contextul stării lui finale înainte de implantare, adică după toate prelucrările mecanotermice și după sterilizare. Spre exemplu, o tijă de titan implantată se comportă diferit în ceea ce privește legătura cu țesutul conjunctiv dacă are o suprafață plană sau o suprafață neregulată obținută prin diferite prelucrări.

O definiție a noțiunii de „biomaterial” recunoscută aproape unanim de experții în domeniu, este:

*Un biomaterial este un material inert/ nonviabil, utilizat la confecționarea unui dispozitiv medical, cu scopul de a interacționa cu sistemele biologice [182].*

Dacă se îndepărtează cuvântul „medical” această definiție devine mai vastă și poate cuprinde un domeniu larg de aplicații (agricultură, genetică, industrie alimentară).

Dacă se îndepărtează cuvântul „nonviabil/ inert”, definiția devine mult mai generală și se poate adresa multor aplicații noi din domeniile ingineriei țesuturilor și a organelor artificiale hibride, unde sunt utilizate celule vii.

În toate etapele proceselor de producere, selecție, prelucrare și analiză, pentru biomateriale se utilizează noțiuni și concepte specifice științei materialelor. În ultimii ani se folosește noțiunea de *știința biomaterialor* pentru a cuprinde, în afara domeniului științei materialelor și particularitățile specifice utilizării materialelor în medii biologice.

Știința biomaterialelor studiază caracteristicile fizice, chimice și biologice ale materialelor în contextul interacțiunii acestora cu mediul biologic. În acest context, cele mai aprofundate dezvoltări și investigații au fost direcționate spre

biomaterialele sintetice și spre optimizarea, caracterizarea, încercările și biologia interacțiunilor dintre material și țesutul gazdă. Întrucât cele mai multe biomateriale introduc reacții biologice stereotipe și nespecifice, cercetările actuale sunt direcționate spre dezvoltarea ingineriei suprafețelor, având ca scop obținerea unor interfețe care, în cadrul unor aplicații specifice, să poată reacționa rapid și foarte precis cu celulele și proteinele pentru îndeplinirea scopului propus.

Una dintre noțiunile de bază specifice științei biomaterialelor o reprezintă „biocompatibilitatea”.

*Biocompatibilitatea este abilitatea unui material de a realiza un răspuns asemănător gazdei într-o aplicație specifică [182].*

Expresia „răspuns asemănător gazdei” desemnează absența iritării, rezistența la coagularea sângelui, la colonizarea bacterială, vindecarea normală, etc. Exemple de „aplicații specifice” sunt reprezentate de stenturi coronariene, plăci și șuruburi pentru osteosinteză sau proteze pentru înlocuirea articulațiilor de șold.

Este important faptul că durata contactului dintre dispozitivul medical și organism poate fi mult diferită în funcție de aplicație (un cateter pentru biopsie poate fi în contact cu sângele pacientului câteva minute, o placă pentru fixare în cazul unei fracturi poate rămâne în organism timp de câteva săptămâni, iar o articulație de șold poate fi implantată pentru restul vieții pacientului) [207].

Un biomaterial nu trebuie să fie toxic, decât în cazul în care este specificat din punct de vedere ingineresc pentru o asemenea cerință (de exemplu, un sistem inteligent de medicamente ce vizează celulele canceroase și le distruge). De când normativele au cerințe nontoxice, toxicologia biomaterialelor a evoluat într-o știință sofisticată. Sunt implicate substanțele care migreză din biomateriale. De exemplu, în cazul polimerilor, multe particule de joasă densitate prezintă anumite nivele de activitate fiziologică și toxicitate celulară. Un biomaterial nu degajă nimic din masa lui decât dacă este proiectat să facă acest lucru. Toxicologia implică, de asemenea, metode de evaluare a respectării criteriilor de proiectare atunci când un biomaterial nou este în dezvoltare [118].

Conceptul de biocompatibilitate a fost extins și pentru un nou domeniu numit *ingineria țesutului* care, prin selecția atentă a celulelor, materialelor și condițiilor metabolice și biomedicale, urmărește regenerarea țesuturilor funcționale.

Tabelul 1.1 prezintă câteva aplicații ale materialelor utilizate pentru fabricarea implantelor osoase.

**Tabelul 1.1** Aplicații în medicină ale materialelor pentru confecționarea implantelor osoase

<b>Aplicații</b>	<b>Tipuri de materiale</b>
Înlocuire de articulații (șold, genunchi)	Titan, aliaje de Ti-Al-V, oțeluri inoxidabile, polietilenă, alumină, zirconia
Plăcuțe pentru fixarea fracturilor	Oțeluri inoxidabile, aliaje cobalt – crom
Cimenturi osoase	Polimetacrilat de metil
Reparații ale defectelor osoase	Hidroxiapatită
Tendoane și ligamente artificiale	Teflon, dacron
Implante dentare	Titan, aliaje de Ti-Al-V, oțeluri inoxidabile, polietilenă
Acoperiri	Titan, alumină, fosfat de calciu

Un exemplu de utilizare cu succes a unei combinații de biomateriale metalice, ceramice și polimerice este reprezentat de implantele pentru articulații totale de șold. Numărul foarte mare de pacienți care necesită un asemenea implant se explică prin faptul că articulația de șold umană este supusă la solicitări mecanice considerabile în cursul activității normale și la șocuri periculoase în cazul căzăturilor, mai cu seamă la pacienții în vârstă. În plus, bolile degenerative sau reumatologice grăbesc uzura articulației naturale, conducând la pierderi considerabile ale mobilității.

Protezele de articulații de șold sunt confecționate, în mod uzual, din titan, oțel inoxidabil, aliaje speciale cu rezistență ridicată, ceramice, compozite și polietilenă de înaltă densitate moleculară.

Articulațiile de șold artificiale sunt implantate anual la sute de mii de pacienți în lume. Se utilizează articulații de șold artificiale și proceduri chirurgicale care utilizează cimentul polimeric pentru fixare, care permit restabilirea funcției ambulatorie în câteva zile după operația chirurgicală. La alte tipuri de articulații artificiale este necesară o perioadă de vindecare pentru integrarea dintre os și implant înainte ca articulația să preia întreaga greutate a organismului. În cele mai multe cazuri, este restabilită o funcție ambulatorie obișnuită în urma implantării, permițând chiar și activități atletice, chiar dacă acestea nu sunt, în general, recomandate. Un asemenea implant își poate îndeplini funcțiile timp de 10 – 15 ani, după care poate apare uzura articulației sau desprinderea de os, care impun o altă operație.

## 1.2 Caracteristici ale științei biomaterialelor

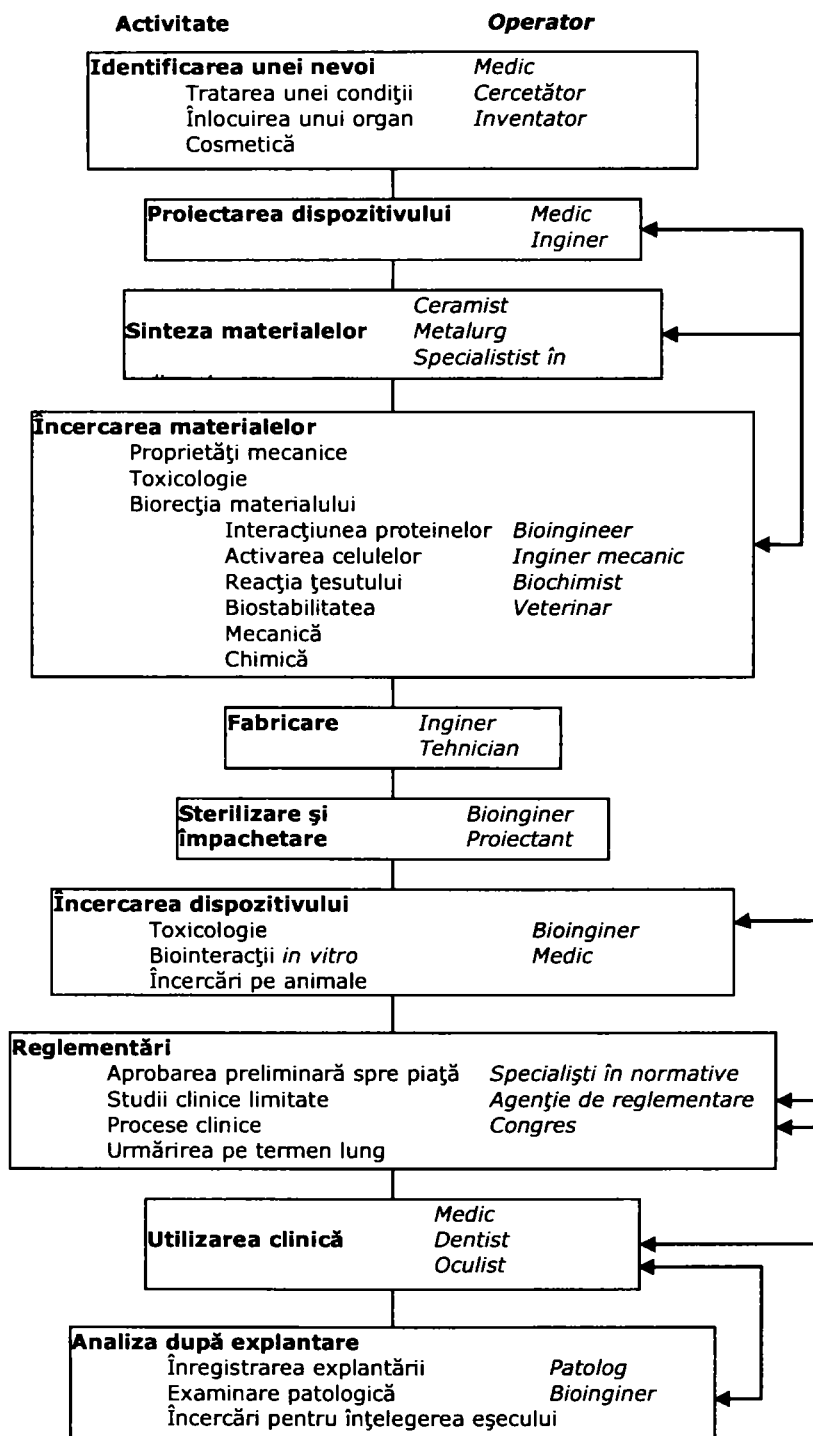
Într-o măsură mai mare decât alte aplicații ale tehnologiei contemporane, știința biomaterialelor grupează cercetări din diverse domenii, ce trebuie să fie corelate în așa fel încât să conducă la îndeplinirea obiectivului. În figura 1.1 [118] sunt prezentate o parte a disciplinelor care concurează la îndeplinirea etapelor parcurse de către un biomaterial sau dispozitiv medical, atestând caracterul multidisciplinar al acestei ramuri a științei.

Știința biomaterialelor trebuie să permită corelarea rezultatelor cercetărilor teoretice și experimentale realizate de cercetătorii din domeniul materialelor (elaborare, prelucrare mecano-termică, ingineria suprafeței) cu abordarea și cerințele specifice biologilor și medicilor care utilizează aceste biomateriale.

Se pot stabili o serie de particularități comune atât pentru proprietăți, cât și pentru modul de utilizare al biomaterialelor, care constituie, în fapt, obiectul acestei discipline de graniță care este știința biomaterialelor.

Conform unei clasificări, se pot distinge biomateriale utilizate la „înlocuirea de țesuturi tari” (reprezentate de materialele ortopedice și dentare) și biomateriale pentru „înlocuirea de țesuturi moi” (implante cardiovasculare și materialele utilizate în chirurgia plastică).

Cercetările asupra biomaterialelor pentru țesuturi tari se concentrează asupra metalelor și ceramicelor, în timp ce cercetările asupra biomaterialelor pentru țesuturi moi se concentrează asupra polimerilor. În practică, această clasificare este artificială, deoarece o valvă de inimă poate fi confecționată din polimeri, metale și carbon, iar o articulație de șold este compusă atât din metale, cât și din ceramice și polimeri. Pentru toate aceste utilizări, se impune înțelegerea globală a tuturor claselor de materiale și abordarea lor comună în contextul interacțiunii lor cu mediul biologic.



**Figura 1.1** Disciplinae implicate în știința biomaterialelor pe parcursul dezvoltării unui biomaterial

Procesul dezvoltării dispozitivelor medicale și al biomaterialelor este condus de nevoile clinice. Necesitatea unui dispozitiv medical este identificată, pentru un anumit pacient, de către medic. Aceasta poate constitui o temă de cercetare în urma

căreia poate rezulta un proiect, care poate fi obiectul unei invenții. Figura 1.1 ilustrează interacțiunile multidisciplinare ale biomaterialelor, indicând etapele ce trebuie parcurse pentru dezvoltarea unui biomaterial sau dispozitiv, precum și o perspectivă asupra modului în care diferite discipline conlucrează, începând de la identificarea unei nevoi pentru un biomaterial și până la dezvoltarea, fabricarea, implantarea și înlăturarea din corpul pacientului.

Înțelegerea și măsurarea biocompatibilității reprezintă obiectivul principal și domeniul specific pentru știința biomaterialelor. Deși nu se poate stabili o definiție unică și precisă pentru modul de măsurare a biocompatibilității, cel mai adesea, biocompatibilitatea unui biomaterial este apreciată prin succesul obținut în cazul unei anumite aplicații (pentru un pacient care suportă bine o proteză vasculară, se apreciază, în general, că această proteză este biocompatibilă). Această definiție operațională a biocompatibilității (pacientul este viu, deci dispozitivul sau implantul trebuie să fie biocompatibil) oferă probleme sensibile pentru o nouă proiectare sau îmbunătățirea protezelor vasculare existente deja. Este mai corect ca biocompatibilitatea să fie definită particularizat pentru aplicații în țesutul moale, țesutul tare și sistemul cardiovascular.

Biocompatibilitatea unui material poate fi definită și mai precis în mod diferit pentru fiecare aplicație a materialului (modul de acțiune a celulelor din țesuturile învecinate, particularitățile de vârstă și modul de manifestare a bolilor pot avea o influență importantă asupra bunei funcționări a unui implant).

În plus, pentru o corectă apreciere a biocompatibilității, trebuie să se țină seama și de procesele care se desfășoară atunci când un material sau dispozitiv se vindecă în organism. Leziunile țesutului vor stimula reacțiile secvențiale inflamatorii bine definite, ce vor conduce la vindecare. Prezența unui corp străin (implantul) în zona inciziei chirurgicale conduce la reacții secvențiale specifice în timpul procesului de vindecare, care diferă în intensitate și durată, în funcție de locul anatomic implicat. Această modificare a reacțiilor secvențiale normale inflamatorii ale unui corp străin reprezintă un domeniu important în cadrul științei biomaterialelor.

Locul de fixare al implantului impune, pentru proiectantul de dispozitive medicale, o serie de cerințe speciale legate de geometrie, mărime, proprietăți mecanice și răspunsuri biologice adecvate.

Fiecare biomaterial sau dispozitiv trebuie să îndeplinească cerințe mecanice și de performanță, care își au originea în nevoia de a îndeplini funcția fiziologică potrivită cu proprietățile fizice ale materialului. Aceste cerințe se pot împărți în trei categorii:

- performanțe mecanice;
- durabilitate;
- proprietăți fizice.

În ceea ce privește *performanțele mecanice*, biomaterialele trebuie să îndeplinească simultan condiția de rezistență, dar și de rigiditate (în cazul în care înlocuiesc țesuturi dure) sau condiția de flexibilitate (în cazul în care înlocuiesc țesuturi moi).

Din punct de vedere al *durabilității*, cerințele sunt diferite de la un implant la altul (de la câteva zile până la zeci de ani).

*Proprietățile fizice* volumice și de suprafață ale biomaterialelor se referă la alte aspecte ale performanței (densitate, coeficient de frecare, conductivitate termică, conductibilitate electrică). Pentru a realiza aceste cerințe, principiile de proiectare sunt împrumutate din fizică, chimie, inginerie mecanică, inginerie chimică și știința materialelor.

În scopul optimizării modului de acțiune al materialelor utilizate, știința biomaterialelor face apel atât la rezultatele cercetării fundamentale privind biointeracțiunea, cât și la informațiile clinice obținute în urma implantării și utilizării a milioane de dispozitive medicale. Acestea au condus la existența unui set de materiale ce îndeplinesc satisfăcător funcțiile în organismul uman, pe care medicul le poate utiliza cu o încredere rezonabilă, iar performanța lor în organismul pacientului este acceptabilă. Cu toate că dispozitivele medicale și materialele nu sunt perfecte, complicațiile produse de acestea sunt mai mici decât dezavanajele cauzate de boala inițială.

În activitatea de cercetare și realizare a dispozitivelor medicale interacționează o serie de factori care provin din sfere diferite ale activității umane [118]:

- dorința de a alina suferința;
- senzația produsă de o nouă idee științifică;
- imperativele corporațiilor de a obține profit din vânzarea dispozitivelor medicale;
- relația riscuri – beneficii;
- ideea de refacere a capacității de muncă;
- mandatul agențiilor de reglementare de a proteja pacienții în calitatea lor de consumatori.

În realizarea biomaterialelor, aspectele etice au un rol foarte important. Creșterea calității dispozitivelor poate îmbunătăți comportarea acestora, în folosul pacienților. Aceasta presupune însă, din partea companiilor, investiții mai mari în dezvoltarea, fabricarea, controlul calității, testele clinice, autorizațiile reglementatoare și distribuția dispozitivelor medicale. Deși responsabilitatea față de produs este o preocupare majoră a producătorilor, costurile mari sunt percepute de către acționari ca un factor de reducere a profitului.

Activitatea industrială din domeniul biomaterialelor și dispozitivelor medicale pune o serie de probleme de etică legate de pacienții care au nevoie de ele, de avantajele participării la competiția de piață în scopul ridicării calității și posibilitatea nerecuperării costurilor la introducerea pe piața medicală a unui nou produs.

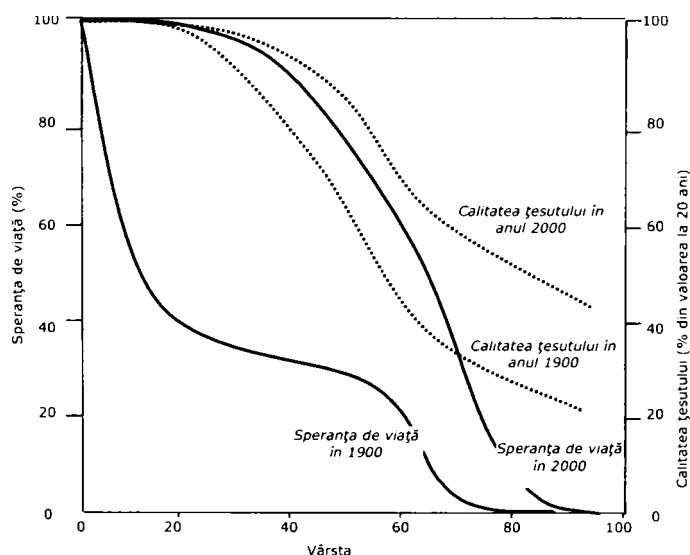
Contribuțiile esențiale ale segmentului industrial din domeniul biomaterialelor se referă, mai cu seamă, la tehnologiile de împachetare, sterilizare, depozitare, distribuție, controlul calității și analize sau testări. Toate aceste activități sunt în măsură să genereze noi teme de cercetare pentru comunitățile academice cu preocupări în acest domeniu. În afară de aceasta, multe companii finanțează cercetări de bază în laboratoarele lor specializate și contribuie într-un mod important la studii fundamentale în știința biomaterialelor [126], [129].

Toate aceste aspecte ale științei biomaterialelor au dus la formularea unor întrebări referitoare la aspectele etice, întrebări pentru care este greu de găsit răspunsuri unanim acceptate [118]:

- Pot fi justificate experimentele care folosesc animalele și au ca scop obținerea unor informații științifice prin suferința și sacrificiul vieții acestora?
- Care este modalitatea de informare pentru cazurile în care se realizează cercetări pe oameni? Cum se poate asigura cel mai bun consimțământ informat?
- Cum se poate obține minimizarea riscului pacientului și să ofere un raport acceptabil între risc și beneficiu?
- Reglementările agențiilor guvernamentale au la bază suficiente informații pentru a defini în mod adecvat încercările pentru materiale și dispozitive și pentru a reglementa întocmai biomaterialele?

- Este corect ca guvernul să plătească pentru îngrijirea sănătății pacienților ce primesc dispozitive absolut necesare, dar care nu au fost încă aprobate formal pentru utilizare generală de către organismele de reglementare?
- În condițiile în care companiile asigură fonduri pentru cercetarea multor biomateriale și își însușesc proprietatea acestora, cum pot fi împăcate nevoile pacienților cu scopurile financiare ale companiilor? (Deși apare necesitatea realizării unor dispozitive medicale – acestea nu vor fi disponibile dacă o anumită companie nu a decis să le fabrice).
- Este corect ca o companie de dispozitive ortopedice să producă două modele de proteze pentru același scop: una cu durată de viață de 20 ani (pentru pacienți tineri, activi) și alta cu același preț, dar cu durată de viață de 7 ani (pentru indivizi în vârstă), cu scopul de a salva resurse, astfel încât mai mulți indivizi să poată primi îngrijirea potrivită?

Pentru satisfacerea cerințelor pacienților, sunt necesare dispozitive medicale sigure, care să-și poată îndeplini rolul pe toată durata vieții pacientului, fără a mai fi necesare alte intervenții chirurgicale. În condițiile creșterii speranței de viață și a unei mai bune calități a organelor și țesuturilor, inclusiv la vârste înaintate (figura 1.2) [57], [111], se impune și o calitate sporită a materialelor și dispozitivelor medicale.



**Figura 1.2** Compararea dintre speranța de viață în anii 1900 și 2000 cu efectul vârstei asupra calității țesutului conjunctiv

Pentru a preveni intrarea pe piață a dispozitivelor și materialelor testate inadecvat și pentru a împiedica producerea biomaterialelor de către indivizi necalificați, s-au constituit organisme complexe de reglementare. *Organizația Internațională de Standardizare (ISO)* a introdus standarde internaționale pentru comunitate. Costurile pentru a satisface standardele și a implementa încercările specifice de materiale, cele biologice și testele clinice sunt enorme.

### 1.3 Stadiul actual în domeniul biomaterialelor pentru implante osoase

Biomaterialele utilizate în domeniul implantelor osoase se pot clasifica în următoarele clase principale:

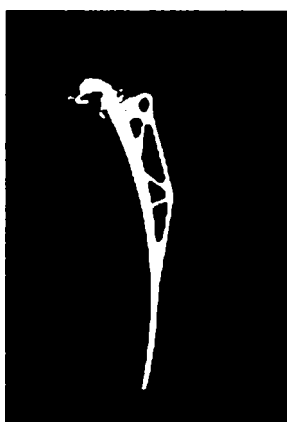
- metale;
- polimeri;
- ceramice (incluzând carbonul, ceramicele cristaline și sticlele);
- compozite.

Toate cele patru clase prezentate cuprind materiale sintetice. În afara acestora, sunt utilizate, în diverse aplicații, și unele materiale de origine biologică.

Diversitatea mare de materiale utilizate curent în medicină și biotehnologie este datorată progresului semnificativ științific și tehnologic ce a avut loc în ultimii 50 de ani. Între anii 1940 și 1960, doar câțiva pioneri ai chirurgiei au avut contribuții semnificative la conceperea și fabricarea de implante și componente pentru dispozitivele medicale din polimerii și metalele disponibile în comerț, pe care ulterior le-au aplicat clinic (în anul 1947 frații Judet realizează prima articulație totală de șold din polimetacrilat de metil, iar Austin Moore proiectează o proteză metalică monobloc) (figura 1.3).



a) Proteză de șold din polimetacrilat de metil (Judet, 1946)



b) Proteză monobloc (Austin Moore, 1947)



c) Proteză Low Friction Arthroplasty (Charnley, 1962)

**Figura 1.3** Evoluția protezelor de șold

Deși în această perioadă existau puține reglementări guvernamentale ale acestei activități, aceste implante și dispozitive medicale au înregistrat unele succese.

Proteza de articulație totală de șold folosind cupla oțel-polietilenă de înaltă densitate introdusă de John Charnley în 1962 a fost utilizată până în 1965 pentru 582 pacienți. Rezultatele obținute nu au fost totdeauna corespunzătoare (în jur de 65% dintre cele 583 articulații implantate până în 1965 au avut o durată de utilizare de numai 4-7 ani, mult prea redusă față de cerințele actuale) [202]. Astfel, a apărut necesitatea colaborării dintre chirurghi, fizicieni, biologi și ingineri de materiale în cadrul unor colective interdisciplinare, care astăzi conturează domeniul de cercetere specific pentru bioinginerie.

Aceste echipe de medici, cercetători și ingineri au impus controlul compoziției, purității și proprietăților fizice ale materialelor utilizate și au constatat



necesitatea elaborării unor materiale noi cu proprietăți noi și speciale. Ca urmare, după anii 1970, a fost stimulată dezvoltarea multor materiale noi, proiectate pentru utilizări medicale specifice.

O parte dintre aceste biomateriale au derivat din materiale existente fabricate cu noi tehnologii (oțeluri inoxidabile austenitice cu conținut redus de carbon, depuneri ceramice pe suprafețe metalice).

Alte biomateriale au fost împrumutate din alte domenii ale tehnologiilor de vârf (carbonul pirolitic sau aliajele de titan, dezvoltate anterior pentru utilizarea în tehnologia aeriană și spațială) sau materiale modificate pentru a asigura proprietăți biologice speciale (oțeluri inoxidabile cu conținut mare de azot sau fără nichel).

Organigrama de dezvoltare a unui material pentru o anumită aplicație prezentată în figura 1.4 [14] arată complexitatea acestei operații, precum și necesitatea realizării ei în cadrul unor colective multidisciplinare, care să cuprindă: inginerul de materiale – implicat în elaborarea și procesarea materialului, fizicieni, chimiști și biologi, care să poată caracteriza comportamentul materialului în mediul biologic.

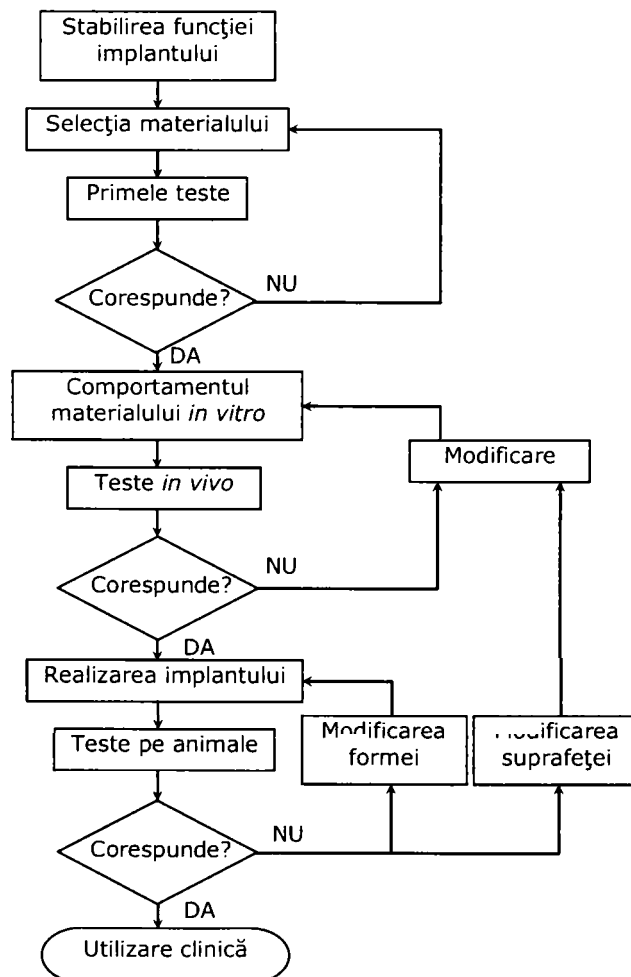
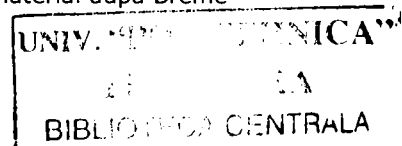


Figura 1.4 Organigrama de dezvoltare a unui biomaterial după Breme



Principalele realizări în domeniul biomaterialelor utilizate la implante osoase se referă la:

- materiale metalice;
- ceramice biocompatibile;
- polimeri biocompatibili;
- biocompozite.

### **Materialele metalice**

Proprietățile fizico-mecanice și tehnologice specifice materialelor metalice au făcut ca acestea să aibă o proporție semnificativă din toate materialele destinate implantelor, atât sub aspect clinic, cât și economic (valoarea producției de peste 5 miliarde de euro în anii 1980, 20 miliarde în anii 2000 și peste 25 miliarde în anul 2005) [118].

O estimare a mărimii pieței globale de biomateriale metalice, realizată potrivit statisticilor procedurilor clinice la nivelul anilor 1990 în Statele Unite, arată că, 40% din cele aproximativ 3,6 milioane de operații ortopedice pe an, implică utilizarea de implante metalice având ca scop [118]:

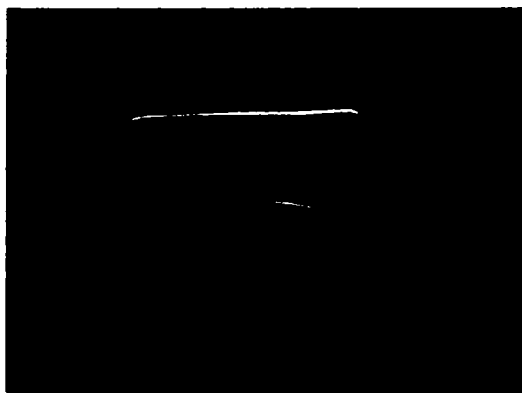
- fixarea fracturilor;
- implantarea sau înlăturarea unui dispozitiv de fixare;
- artroplastia genunchiului sau gleznei;
- înlocuirea articulației de șold;
- artroplastia șoldului.

Cele mai utilizate metale pentru fabricarea dispozitivelor medicale sunt oțelurile inoxidabile, aliajele pe bază de Co, superaliajele pe bază de Ni și Cr și aliajele pe bază de Ti.

**Oțelurile inoxidabile** folosite pentru implante chirurgicale sunt oțeluri austenitice la care conținutul de carbon se limitează la valori mai mici de 0,03% (de exemplu AISI 316L) pentru îmbunătățirea rezistenței la coroziune *in vivo*. Aceste implante sunt utilizate, în prezent, pentru plăci de fixare a fracturilor, șuruburi de fixare, diferite tipuri de tije, implante de formă complexă pentru articulații sau pentru fracturi de trohanter (figura 1.5).



a) plăcuță de osteosinteză pentru oase lungi



b) agrafe pentru fracturi de călcâi



c) placă condilară la 95° pentru fracturi intertrohanteriene

**Figura 1.5** Exemple de implante realizate din oțeluri inoxidabile

O caracteristică specifică acestor oțeluri o constituie elaborarea foarte îngrijită pentru reducerea conținutului de incluziuni sau impurități (sulfuri, oxizi, silicați), care pot predispuce oțelul la coroziune prin pitting la interfața metal – incluziune.

Mărimea de grăunte recomandată pentru oțelul AISI 316L este de 6 (conform SR ISO 5832-1: 1999 [278]) sau mai mică și trebuie să fie relativ uniformă, ceea ce impune controlul strict al solidificării, al prelucrării la rece, al ciclurilor de normalizare și recristalizare.

Proprietățile mecanice ale acestor oțeluri pot fi îmbunătățite prin deformare plastică la rece (un grad de deformare de 30% conduce la creșterea până aproape de dublu a rezistenței la rupere comparativ cu starea recoaptă). Această prelucrare permite obținerea unor implante cu proprietăți mecanice mai ridicate prin utilizarea semifabricatelor texturate, la care alungirea grăunților corespunde cu direcția solicitării maxime (la șuruburi sau tije).

În figurile 1.6 – 1.14 se prezintă structurile unor tipuri de oțeluri inoxidabile austenitice, în diferite stări: de livrare, deformată plastic, recoaptă, realizate de autoare în cadrul unor cercetări contractuale pe durata pregătirii tezei [282], [283], [284], [285]. Aceste tipuri de oțeluri inoxidabile austenitice sunt utilizate la fabricarea de dispozitive medicale.



a) stare de livrare

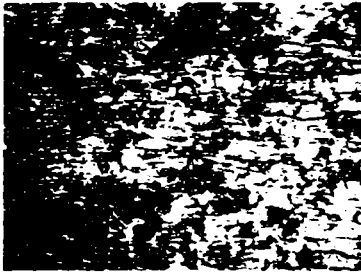
b) deformat la rece

c) recoapt

**Figura 1.6** Structuri specifice oțelului inoxidabil austenic AISI 302, MO 500x



a) stare de livrare



b) deformat la rece



c) recopt

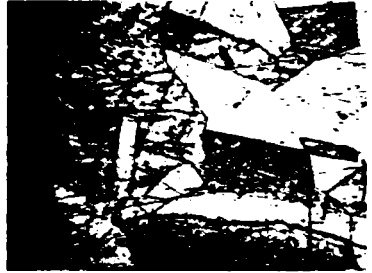
**Figura 1.7** Structuri specifice oțelului inoxidabil austenic AISI 304, MO 500x



a) stare de livrare



b) deformat la rece



c) recopt

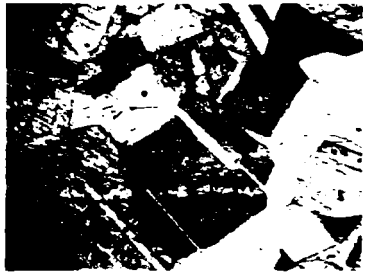
**Figura 1.8** Structuri specifice oțelului inoxidabil austenic AISI 304L, MO 500x



a) stare de livrare

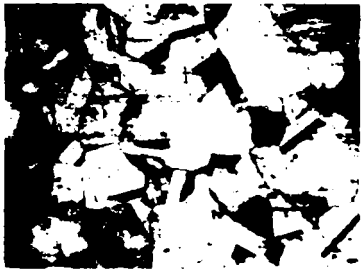


b) deformat la rece



c) recopt

**Figura 1.9** Structuri specifice oțelului inoxidabil austenic AISI 309, MO 500x



a) stare de livrare

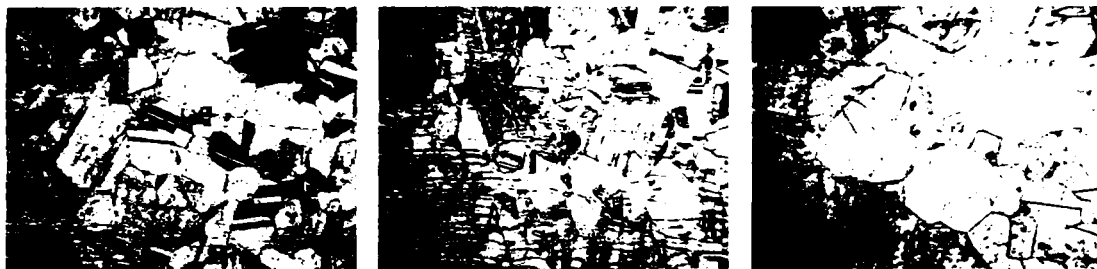


b) deformat la rece



c) recopt

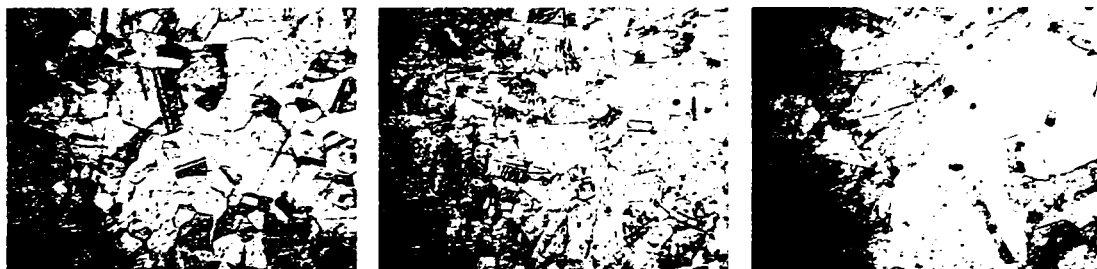
**Figura 1.10** Structuri specifice oțelului inoxidabil austenic AISI 309S, MO 500x



a) stare de livrare

b) deformat la rece

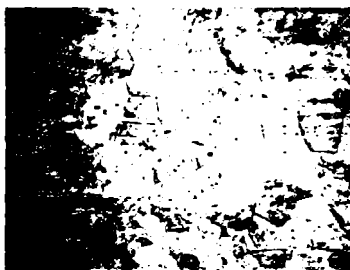
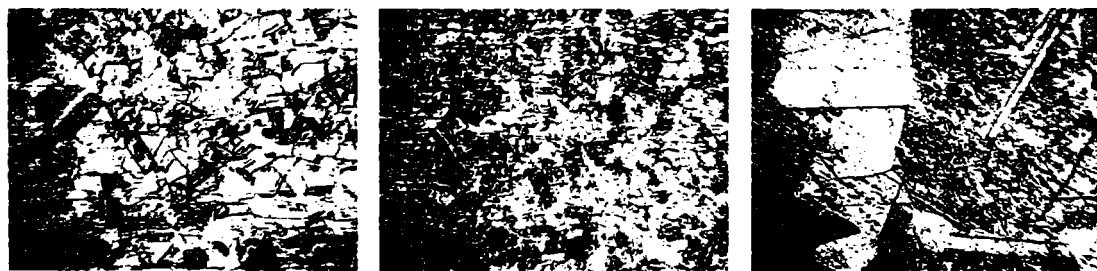
c) recopt

**Figura 1.11** Structuri specifice oțelului inoxidabil austenic AISI 316, MO 500x

a) stare de livrare

b) deformat la rece

c) recopt

**Figura 1.12** Structuri specifice oțelului inoxidabil austenic AISI 316L, MO 500x**Figura 1.13** Structura specifică oțelului inoxidabil austenic AISI 316Ti, în stare de livrare, MO 500x

a) stare de livrare

b) deformat la rece

c) recopt

**Figura 1.14** Structuri specifice oțelului inoxidabil austenic AISI 321, MO 500x

Microfotografiile s-au realizat cu ajutorul microscopului optic metalografic *Olympus BX51M* (figura 1.15), din cadrul Laboratorului de încercări *CIDUCOS – UPT*, acreditat *RENAR* în baza *SR EN 17025: 2005 Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări și etalonări, cu certificatul de acreditare nr. 477-L*.

Ultimele realizări în domeniul oțelurilor inoxidabile pentru implante chirurgicale sunt reprezentate de:

- Oțelurile austenitice cu conținut ridicat de azot (până la 0,9% N) care au o rezistență sporită la coroziune;
- Oțelurile austenitice fără nichel (care au un conținut de mangan de până la 24%) și care se caracterizează prin proprietăți mecanice și rezistență la coroziune peste cele ale oțelului AISI 316L. Aceste oțeluri au marele avantaj că nu provoacă alergiile de care este responsabil nichelul.



Figura 1.15 Microscopul optic metalografic Olympus BX51M

**Aliajele pe bază de Co** sunt aliaje care conțin în jur de 58-70% Co și 26-30% Cr. Sunt utilizate mai multe familii de aliaje Co-Cr (Vitalium, Zimaloy, Stellite 21, Vinertia) care diferă între ele, mai ales prin modul în care sunt prelucrate (turnare, deformare plastică). Concentrația mare de crom conferă acestor aliaje o rezistență ridicată la coroziune, ca urmare a formării unui strat superficial de  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ , iar adăugarea de molibden sau nichel (4...7,5%) conduce la formarea unei soluții solide de substituție și la durificarea aliajului, datorită diferențelor dintre razele atomice ale atomilor de cobalt și cele ale atomilor de molibden sau nichel.

Aliajele turnate au structura formată din faze intermetalice  $\sigma = \text{Co}_x(\text{Cr},\text{Mo})_y$  (unde  $x, y = 1...7$ ),  $\mu = \text{Co}_7(\text{Mo},\text{W})_6$  și  $R = \text{Co}_{23}\text{Cr}_{15}\text{Mo}_{15}$  [5] și carburi  $\text{M}_{23}\text{C}_6$ . Proportia de carburi este de aproximativ 15%, ceea ce conduce la creșterea rezistenței la uzură, recomandând aceste materiale pentru realizarea implantelor de articulații de femur sau de genunchi (figura 1.16).



a) componentă a unei proteze totale pentru articulația de genunchi



b) componentă a unei proteze totale pentru articulația de genunchi



c) componentă a unei proteze totale pentru articulația de șold  
**Figura 1.16** Exemple de implante realizate din aliaje Co-Cr

Datorită vitezelor diferite de răcire, se poate forma o microstructură diferită în miez. În această situație, în regiunile interdendritice care conțin o concentrație mai mare de substanțe dizolvate (Cr, Mo, C), se formează carburi, în timp ce dendritele sărăcesc în crom și se îmbogățesc în cobalt. Aceasta reprezintă o situație electrochimică nefavorabilă, regiunile sărăcite în crom fiind anodice. Tratamentul termic de recoacere la 1225 °C timp de 1 oră poate ajuta la ameliorarea acestei situații.

Solidificarea din timpul procesului de turnare are efecte nu numai la formarea dendritelor, dar și în mărimea de grăunte relativ mare.

În figura 1.17 se prezintă structura aliajului de Co-Cr, denumit comercial Heraenium, în stare turnată, determinate de autoare în cadrul Laboratorului de încercări *CIDUCOS - UPT* pe probe de materiale utilizate la implantele dentare [291], [292].



a) MO 100x



b) MO 500x

**Figura 1.17** Microstructura aliajului dentar Heraenium în stare turnată

În urma elaborării și turnării, în aliajele Co-Cr pot să apară incluziuni nemetalice, iar contracția la solidificare poate da naștere unor microfisuri care reduc mult rezistența la oboseală a implantelor obținute prin turnare. Evitarea acestor dezavantaje este posibilă prin înlocuirea turnării cu metalurgia pulberilor. Rezultate bune se obțin prin presare izostatică la cald (HIP), care presupune compactizarea pulberii la presiunea de 100 MPa și temperatura de 1100 °C timp de o oră, după care se aplică forjarea pentru obținerea formei finale. Structura obținută se caracterizează prin granulație foarte fină, o mărire a durezzații, a limitei de curgere și a rezistenței la oboseală.

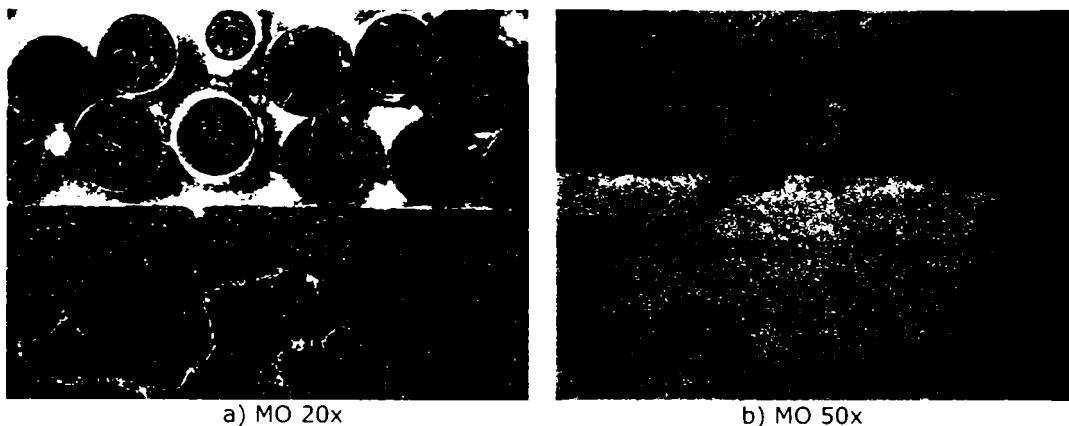
Aliajele Co-Cr se utilizează și pentru produse cu strat poros de pe suprafață în scopul creșterii aderenței față de țesutul osos, un exemplu este depunerea de strat poros pe o componentă a unei proteze de genunchi (figura 1.18)

[290]. Aceste materiale se caracterizează printr-o rezistență la oboseală mai redusă, din cauza concentratorilor de tensiune din zona în care particulele depuse aderă de stratul superficial al metalului de bază.

Cercetările actuale în domeniul acestor aliaje urmăresc obținerea unor materiale care să nu conțină nichel, concomitent cu reducerea conținutului de carbon.

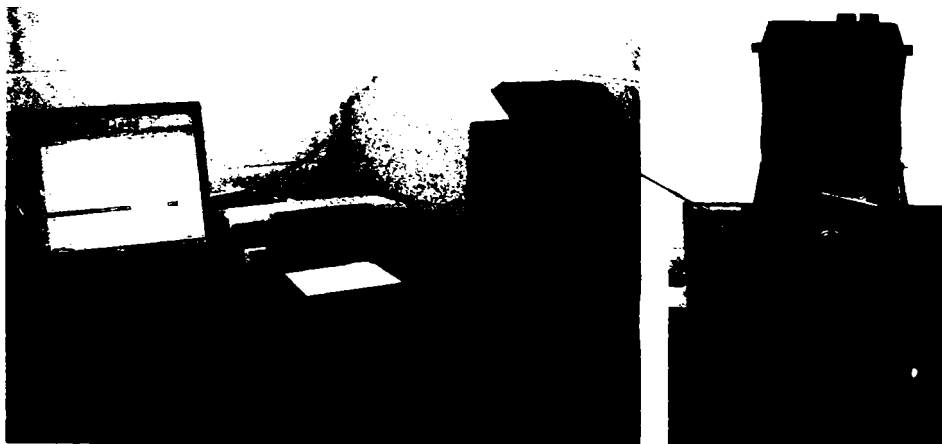
**Superaliajele pe bază de Ni și Cr** au structuri și proprietăți diferite, în funcție de compoziția chimică. În continuare, se analizează 3 superaliaje pe bază de Ni și unul pe bază de Cr elaborate experimental în cadrul *Laboratorului de Tratamente Termice al catedrei SMTT - UPT* în cuptoare cu inducție și atmosferă protectoare de argon [287].

Materialele elaborate au fost ulterior analizate în vederea determinării compoziției chimice prin spectrometrie de emisie optică cu aparatul *ARL QuantaDesk Spectrometer* (figura 1.19) din cadrul *Laboratorului de Încercări CIDUCOS - UPT*, acreditat *RENAR în baza SR EN ISO/ CEI 17025: 2005* [276], *certificatul de acreditare nr. 477-L*.



**Figura 1.18** Structură de aliaj Co-Cr turnat dintr-un implant comercial

Aliajele metalice au fost supuse și examinării metalografice realizate cu ajutorul *microscopului optic metalografic Olympus BX51M*, în vederea stabilirii constituenților structurali și a caracterizării structurii.



**Figura 1.19** Aparatul ARL QuantaDesk



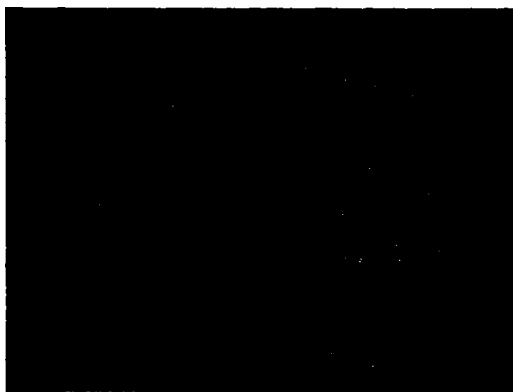
*Materialul 1 elaborat cu bază de nichel*

Compoziția chimică a materialului 1 elaborat, se prezintă în tabelul 1.2.

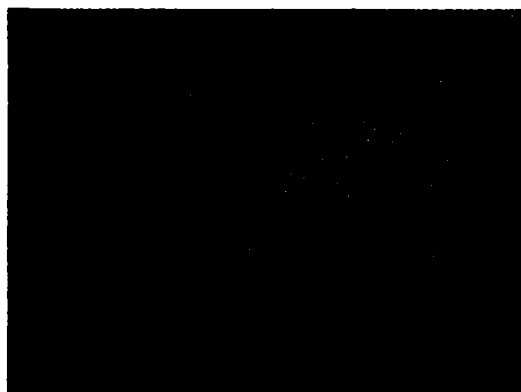
**Tabelul 1.2** Compoziția chimică a materialului 1 elaborat

<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	44.18	44.09	43.94	44.02	44.06	0.1039
C	0.1005	0.0831	0.1041	0.0617	0.0873	0.0194
Si	0.7627	0.7500	0.7453	0.7562	0.7535	0.0075
Mn	0.4259	0.4154	0.4210	0.4179	0.4200	0.0045
P	0.0055	<0.003	0.0059	<0.002	<0.004	0.0017
S	<0.001	<0.003	<0.003	<0.002	<0.002	0.0008
Cr	10.06	<9.912	<9.935	<9.917	<9.955	0.0679
Ni	>40.00	>40.21	>40.31	>40.32	>40.21	0.1469
Mo	2.068	2.122	2.118	2.102	2.102	0.0248
Cu	0.2689	0.2715	0.2740	0.2693	0.2709	0.0024
Ti	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	<0.002	0.0001
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	>1.220	>1.232	>1.241	>1.224	>1.229	0.0092

Microstructurile corespunzătoare acestui material în stare recoaptă și după turnare se prezintă în figura 1.20.



a) stare recoaptă, MO 50x



b) stare recoaptă, MO 500x



c) stare turnată, MO 50x



d) stare turnată, MO 500x

**Figura 1.20** Microstructurile corespunzătoare materialului 1 elaborat

Se observă că aliajului are o structură omogenă, similară cu cea a aliajelor comerciale din aceeași clasă.

#### Materialul 2 elaborat cu bază de Ni

Compoziția chimică a materialului 2 elaborat se prezintă în tabelul 1.3.

**Tabelul 1.3** Compoziția chimică a materialului 2 elaborat

Elementul	Încercarea 1, %	Încercarea 2, %	Încercarea 3, %	Încercarea 4, %	Media, %	Abaterea standard, %
Fe	34.22	33.93	34.10	33.96	34.05	0.1363
C	0.1265	0.1250	0.1234	0.1281	0.1257	0.0020
Si	1.034	1.027	1.029	0.9746	1.016	0.0277
Mn	0.5672	0.5710	0.5649	0.5674	0.5676	0.0025
P	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
S	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Cr	14.87	14.85	14.79	14.63	14.79	0.1075
Ni	>48.86	>49.17	>49.07	>49.39	>49.12	0.2201
Mo	<0.004	0.0139	0.0149	0.0282	0.0154	0.0097
Cu	0.2006	0.2034	0.2036	0.2063	0.2035	0.0023
Ti	<0.008	<0.008	<0.008	<0.008	<0.008	0.0003
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000

Microstructurile corespunzătoare acestui material în stare turnată, se prezintă în figura 1.21. Conținutul mare de nichela condus la formarea unei structuri neomogene cu separări de eutectice complexe.



a) stare turnată, MO 50x



b) stare turnată, MO 500x

**Figura 1.21** Microstructurile corespunzătoare materialului 2 elaborat

#### Materialul 3 elaborat cu bază de crom

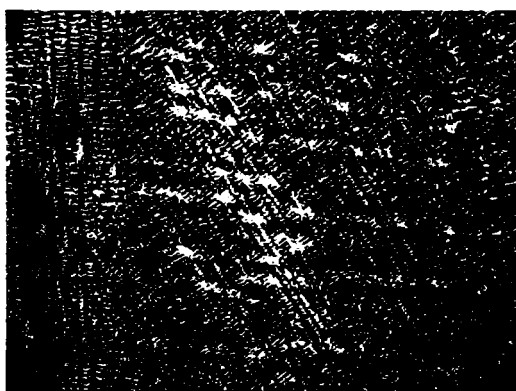
Compoziția chimică a materialului 3 elaborat se prezintă în tabelul 1.4.

Microstructurile corespunzătoare acestui material în stare turnată, se prezintă în figura 1.22. Structura acestui aliaj este formată dintr-o soluție solidă omogenă și separări de eutectic.

**Tabelul 1.4** Compoziția chimică a materialului 3 elaborat

Elementul	Încercarea 1, %	Încercarea 2, %	Încercarea 3, %	Încercarea 4, %	Media, %	Abaterea standard, %
Fe	4.755	4.790	4.809	4.831	4.796	0.0322
C	0.0299	0.0299	0.0302	0.0304	0.0301	0.0002

Elementul	Încercarea 1, %	Încercarea 2, %	Încercarea 3, %	Încercarea 4, %	Media, %	Abaterea standard, %
Si	0.4568	0.4784	0.4753	0.4731	0.4709	0.0096
Mn	0.2392	0.2492	0.2497	0.2478	0.2465	0.0049
P	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
S	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Cr	>75.96	>76.29	>76.35	>76.71	>76.33	0.3077
Ni	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Mo	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Cu	0.0369	0.0348	0.0361	0.0362	0.0360	0.0009
Ti	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	>18.43	>18.02	>17.95	>17.58	>17.99	0.3493



a) stare turnată, MO 50x



b) stare turnată, MO 1000x

**Figura 1.22** Microstructurile corespunzătoare materialului 3 elaborat

**Titanul și aliajele de titan** se caracterizează prin rezistența la coroziune cu totul deosebită, greutatea specifică relativ redusă și posibilitatea de îmbunătățire a caracteristicilor mecanice prin aliere și tratamente termice, care le-au impus ca o opțiune de prim ordin în alegerea pentru realizarea de implante metalice (tije, plăci, șuruburi) (figura 1.23).



a) șuruburi pentru fixarea fracturilor de oase lungi cu plăcuțe de osteosinteză din Ti



b) componentă a unei proteze totale pentru articulația de genunchi din Ti6Al4V



c) lamă placă monobloc pentru fracturi petrohanteriene din Ti



d) componenă a unei proteze totale pentru articulația de șold din Ti cu strat de Ti poros



e) componenă a unei proteze totale pentru articulația de șold din Ti cu strat de Ti poros

**Figura 1.23** Exemple de implante realizate din Ti CP și Ti6Al4V

Comportarea foarte bună în medii biologice se explică prin faptul că titanul tinde să se oxideze spontan nu numai în aer, ci și în medii apoase, sub influența oxigenului dizolvat de acestea. Stratul pasivizant de  $\text{TiO}_2$  cu grosime de ordinul nanometrilor se formează în aproximativ 40 ms și reduce mult procesul de coroziune. În condițiile în care stratul pasivizant poate fi afectat de acțiunea mediului biologic (prin frecare sau variații ale pH-ului sau ale potențialului electric), durată redusă de formare a acestuia constituie unul dintre avantajele importante ale titanului ca material biocompatibil.

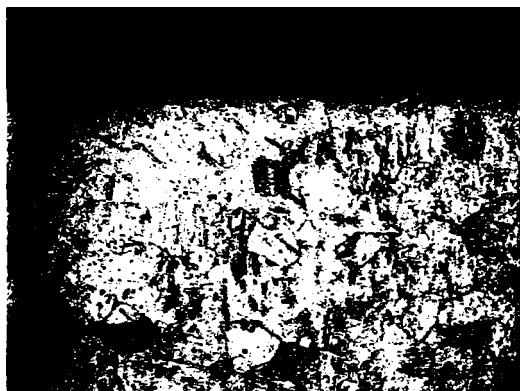
În figura 1.24 se prezintă microstructura unui implant dentar și a unei plăcuțe de osteosinteză pentru oasele maxilo-faciale, fabricate din titan comercial pur, acoperite electrolic cu strat de oxid  $\text{TiO}_2$ , în *Laboratorul CIDUCOS - UPT* [288], [293].

Cercetările au evidențiat faptul că stratul pasivizant este format din  $\text{TiO}_2$  atât pentru titanul pur, cât și pentru aliajele de titan. S-au constatat, totuși, unele diferențe între performanțele biologice ale titanului și cele ale aliajelor acestuia la nivelul celulelor și al țesuturilor [73].

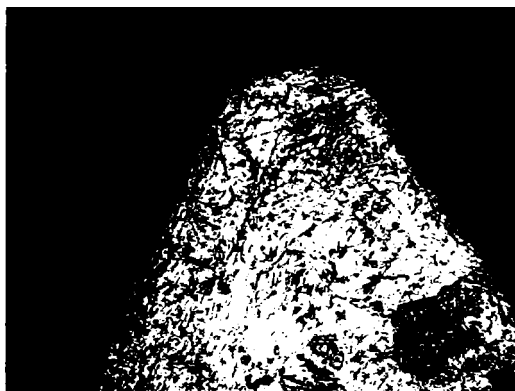
Titanul pur comercial (CP) și aliajul interstițial extra slab (ELI) Ti-6Al-4V sunt cele mai utilizate biomateriale pentru implante pe bază de titan. Titanul CP are un conținut de titan de 98,9-99,6%. Conținutul de oxigen și de alte elemente interstițiale cum sunt carbonul și azotul afectează semnificativ limita de curgere, rezistența de rupere la tracțiune și rezistența la oboseală.

Implantele din titan pur au, în mod uzual, o microstructură formată dintr-o singură fază  $\alpha$  (HC) cu un diametru al grăunților de 100-150  $\mu\text{m}$ , în funcție de procesul de producere. În figurile 1.25 și 1.26 se prezintă microstructurile specifice determinate în cadrul încercărilor de caracterizare structurală a unor materiale

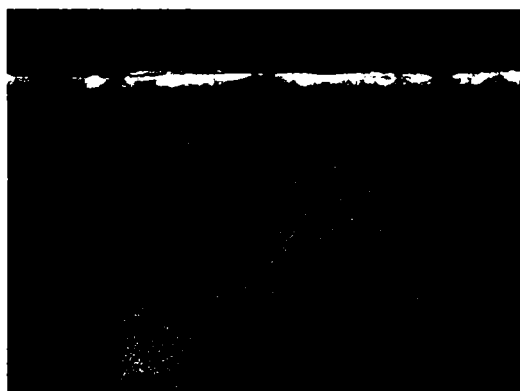
folosite pentru realizarea de implante [288], [292] în cadrul *Laboratorului CIDUCOS – UPT acreditat RENAR în baza SR ISO/ CEI 17025: 2005* [276], certificat de acreditare nr. 477-L.



a) microstructură plăcuță pentru osteosinteză, MO 200x



b) microstructură implant dentar, MO 200x

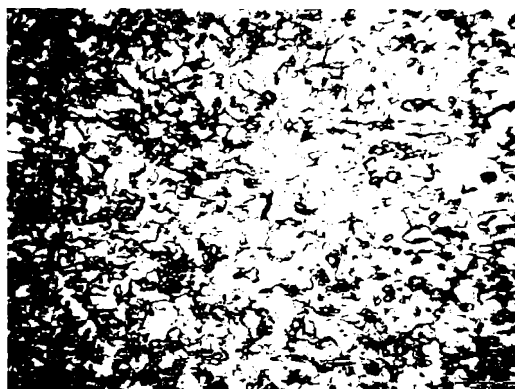


c) suprafață cu un strat depus de  $TiO_2$  a unei plăcuță pentru osteosinteză, lumină polarizată, MO 500x

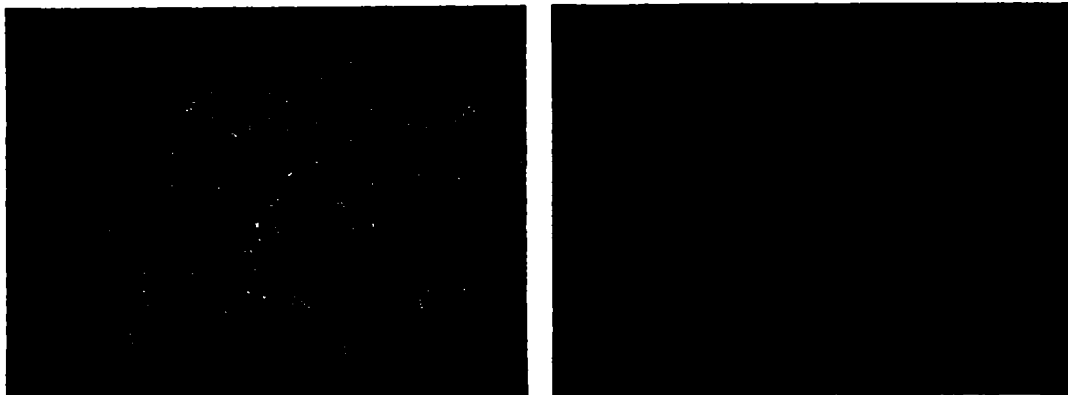


d) suprafață cu un strat depus de  $TiO_2$  a unui implant dentar, lumină polarizată, MO 500x

**Figura 1.24** Aspectul stratului de oxid pe implante



**Figura 1.25** Structură de Ti CP în stare de livrare, MO 500x



a) MO 100x

b) MO 500x

**Figura 1.26** Microstructură de Ti CP, clasa 2, în stare recoaptă

Structura aliajului Ti-6Al-4V (figura 1.27) poate fi analizată folosind diagramele binare de echilibru fazic Ti-Al și Ti-V. Se constată că aluminiul este un stabilizator de fază  $\alpha$  (HC), iar vanadiul este un stabilizator de fază  $\beta$  (CVC), ce fac ca aliajul ternar Ti-6Al-4V utilizat la implante să fie un aliaj  $\alpha$ - $\beta$  [286], [290].



a) MO 100x

b) MO 500x

**Figura 1.27** Microstructură de aliaj Ti6Al4V

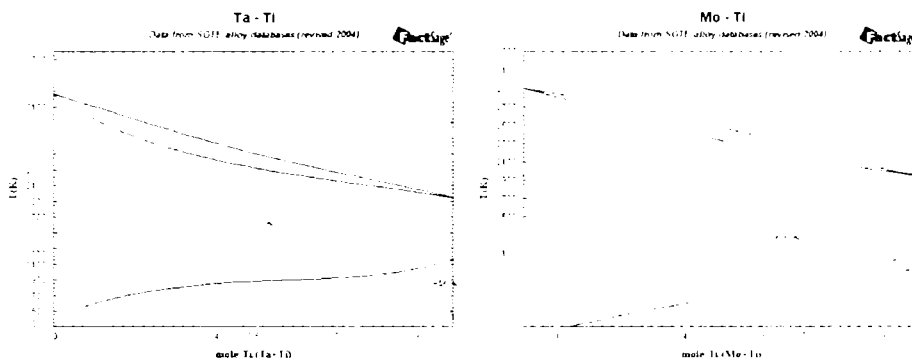
Deși aliajul Ti-6Al-4V continuă să fie cel mai utilizat aliaj pe bază de titan pentru implante osoase, faptul că biocompatibilitatea acestuia este mai degrabă mediocră (vanadiul fiind cancerigen) a condus la o serie de cercetări referitoare la noi aliaje biocompatibile pe bază de titan. Două dintre aliajele dezvoltate sunt Ti-5Al-2,5Fe [195] și Ti-6Al-7Nb [156].

În același timp, ca urmare a dovedirii implicării aluminiului în apariția bolii Alzheimer, după 1993, cercetările au fost orientate către aliajele care conțin ca elemente de aliere elemente inerte, cum sunt cele din sistemul Ti-Ta și Ti-Mo-Ta, dintre care cele mai folosite sunt Ti-5Ta, Ti-30Ta și Ti-5Ta-5Mo [108].

Structurile acestor aliaje la temperatura ambiantă sunt bifazice după cum reiese din diagramele binare Mo-Ti și Ta-Ti (figura 1.28).

Cercetările privind utilizarea biomaterialelor metalice pentru implante osoase sunt dirijate în special în direcția găsirii unor aliaje cu o biocompatibilitate cât mai bună. O serie de organisme din domeniul sănătății cum ar fi *International Agency for Research on Cancer (IARC)*, *World Health Organization (WHO)* au arătat

că unele metale (Be, Cd, Cr<sup>4</sup>, Ni, V) și aliajele acestora sunt probabil cancerigene [203].



**Figura 1.28** Diagramele binare Mo-Ti și Ta-Ti [SGTE Alloy Phase Diagrams]

Cu toate că nu au fost publicate rezultate certe privind efectul cancerigen al unor implante realizate din aceste materiale [159] se urmărește obținerea unor materiale metalice care să elimine aceste suspiciuni:

- oțeluri inoxidabile fără nichel;
- aliaje cobalt-crom fără nichel;
- aliaje de titan fără vanadiu și aluminiu;
- aliaje metalice amorfe [59].

### **Ceramicile biocompatibile**

Sunt utilizate mai cu seamă pentru repararea sau înlocuirea țesutului conjunctiv dur al scheletului osos. Succesul lor depinde de realizarea unei legături stabile cu țesutul conjunctiv.

Cercetările efectuate au ca scop studierea influenței diferențelor de procesare și de structură asupra proprietăților fizice, precum și a proprietăților de legătură și răspunsul țesuturilor în aplicații clinice particulare.

Mecanismul atașării materialelor ceramice de țesutul viu este influențat de tipul răspunsului țesutului la interfața implant – țesut. Nici un material implantat într-un țesut viu nu este inert, datorită faptului că toate materialele obțin un răspuns de la țesuturile vii. Pot fi diferențiate următoarele patru tipuri de răspunsuri ale țesuturilor:

- materialele ceramice toxice afectează țesutul înconjurător;
- materialul ceramic netoxic și inactiv biologic (aproape inert) este înconjurat de un țesut fibros de diferite grosimi;
- materialul ceramic netoxic și activ biologic (bioactiv) conduce la formarea unei legături de interfață;
- materialul ceramic netoxic care se dizolvă (resorbabil), este înlocuit de țesutul înconjurător.

*Ceramicile compacte, neporoase, aproape inerte* (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> monocristalină sau policristalină) se atașează de osul în creștere și pe iregularitățile suprafeței dispozitivului și produc cimentarea acestuia în țesut (fixare morfologică). Buna funcționare a unui implant care folosește aceste materiale este condiționată de existența unor jocuri optime, care să nu permită mișcarea relativă față de țesutul învecinat.

Alumina de înaltă densitate și înaltă puritate (peste 99,5%) este utilizată la protezele de șold portante (figura 1.29) și implante dentare [289], datorită rezistenței excelente la coroziune, biocompatibilității bune, rezistenței ridicate la uzare și rezistenței mecanice ridicate [23], [64], [65], [93].



a) bile ale unei proteze de șold utilizate din alumina pură



b) bila și cămașa unei proteze de șold utilizate din zirconia

**Figura 1.29** Componentă a protezei de șold din ceramică

La *implantele inerte poroase* ( $\text{Al}_2\text{O}_3$  policristalină, metalele acoperite cu un strat poros de hidroxiapatită – HA), creșterea osului conduce la atașarea mecanică a osului de materialul implantului (fixare biologică) (figura 1.30). Interfața este formată de către țesutul viu care crește în pori.



a) lumină normală



b) lumină polarizată

**Figura 1.30** Aspectul stratului de hidroxiapatită pe un implant comercial de Ti CP, MO 500x

Ceramicile poroase sunt produse prin adăugarea unei faze secundare, care se descompune înaintea compactării, producând sufluri și pori [142] sau prin transformarea organismelor poroase naturale, cum sunt coralul sau osul natural, în hidroxiapatită poroasă [122]. Cercetările au evidențiat și alte căi de producere, de exemplu, tehnici de ardere [47] și descompunerea peroxidului de hidrogen [43], [104], care nu sunt încă utilizate comercial.

Produsele poroase disponibile comercial provin din două surse: hidroxiapatita convertită din coral sau os animal [112]. În figura 1.31 se prezintă un implant comercial pur acoperit cu un strat de HA.

Pentru ca țesutul să rămână viu și sănătos este necesar ca porii să fie mai mari de 50 – 100  $\mu\text{m}$  asigurând o arie mare a interfeței, care să permită alimentarea cu sânge pentru creșterea țesutului conjunctiv.



Un alt factor important îl constituie gradul de interconectivitate al porilor implantului cu canalele țesutului osos [46], [76].



**Figura 1.31** Componentă a unei proteze totale pentru articulația de șold din Ti cu strat de hidroxiapatită

*Ceramicile resorbabile compacte, neporoase sau poroase* (sulfat de calciu, trifosfat de calciu) sunt folosite pentru a fi înlocuite în timp de către os prin degradarea treptată. Aceste materiale ar putea reprezenta soluția de biomaterial optim care permite repararea și înlocuirea țesuturilor naturale pe parcursul vieții. Un biomaterial resorbabil trebuie să îndeplinească următoarele condiții:

- să permită menținerea rezistenței și stabilității la interfață în timpul perioadei de degradare și înlocuirea cu țesut gazdă natural;
- să aibă o viteză de resorpție corelată cu viteza de reparare a țesuturilor organismului (unele materiale se dizolvă prea rapid, iar altele prea încet);
- să conțină inițial, dar și după descompunere, numai substanțe acceptate metabolic.

Materialele ceramice poroase din clasa fosfatului de calciu (în particular trifosfatul de calciu) sunt folosite cu succes ca materiale resorbabile în condițiile unor încărcări mecanice relativ reduse.

*Ceramicile cu suprafața activă compacte, neporoase* (sticle bioactive, ceramici sticloase bioactive, hidroxiapatită) provoacă un răspuns biologic specific la interfața materialului, care favorizează atașarea implantului de țesutul gazdă prin formarea unei legături între țesuturi și material. Dependența de timp a legăturii, rezistența acesteia, mecanismul de legare și grosimea zonei de legătură diferă în funcție de material. Legătura cu osul a fost demonstrată pentru o gamă de sticle bioactive ce conțin  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{CaO}$  și  $\text{P}_2\text{O}_5$  în proporții bine determinate [56].

Sunt cunoscute asemenea materiale din categoria sticlelor bioactive, care se pot lega de țesuturile moi la fel ca de os [184].

Modificările relativ mici ale compoziției unui biomaterial ceramic pot schimba mult comportarea, chiar dacă acesta este bioinert, resorbabil sau bioactiv.

### **Polimerii biocompatibili**

Pentru realizarea implantelor osoase sunt utilizate mai multe tipuri de polimeri obținuți fie din surse naturale (biopolimeri), fie prin procese organice artificiale (polimeri artificiali).

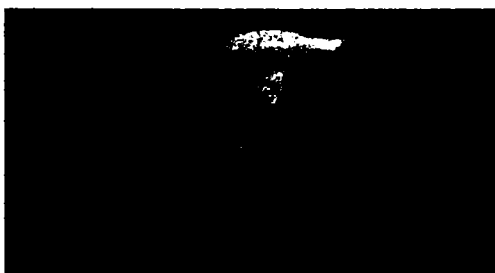
*Polimerii naturali*, utilizați ca biomateriale, includ materiale pe bază de plante (celuloza, cauciucul natural) sau materiale de origine animală (colagen, heparin). La fabricarea dispozitivelor medicale sunt utilizați și polimeri biomimetici sintetizați în cantități experimentale prin ingineria genetică a secvențelor de peptide din elastan, colagen și proteine sau din dragalina pânzei de paianjen [60], [163].

Biopolimerii au o serie de dezavantaje intrinseci: riscul sporit de apariție a reacției de respingere, descompunerea la temperatura ambiantă, varietatea mare a structurii și compoziției în funcție de organismul sau chiar de țesutul din care provine.

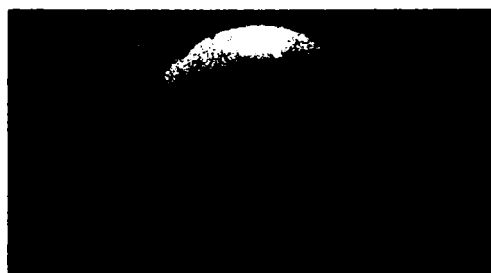
*Polimerii artificiali*, utilizați în numeroase aplicații, sunt disponibili în acest moment pe piață într-o mare diversitate de mărci. Unii sunt instabili hidrolitic și se degradează în organism, în timp ce alții rămân neschimbați pe durata vieții pacientului.

Cei mai mulți polimeri sintetici utilizați inițial în medicină au fost dezvoltați din polimeri comerciali concepuți inițial pentru aplicații nemedicale, care conțin și o serie de aditivi (coloranți, stabilizatori, antioxidanți, agenți antistatici). Unele din aceste substanțe chimice nu sunt dorite în aplicațiile medicale și trebuie înlăturate înaintea utilizării prin procese complexe de purificare. Sarcina inginerilor biomedicali este aceea de a selecta un polimer cu proprietăți ce se potrivesc cu cele cerute de o aplicație particulară [105].

În ultimii ani au fost produse o serie de materiale polimerice adaptate unor anumite utilizări medicale, inclusiv în domeniul implantelor osoase (componente ale articulațiilor, cimenturi polimerice pentru fixarea implantelor). În figura 1.32 se prezintă implantate de polietilenă de înaltă densitate moleculară.



a) componență a unei proteze totale pentru articulația de genunchi



b) componență a unei proteze totale pentru articulația de șold

**Figura 1.32** Exemple de implantate realizate din polietilenă

Cercetările actuale în domeniul biopolimerilor sunt orientate în următoarele direcții:

- Obținerea de *biopolimeri inteligenți* (polimeri ce răspund prin modificarea proprietăților, ca urmare a unor modificări mici în condiții fizice sau chimice). Polimerii inteligenți pot fi amestecați fizic sau conjugați chimic cu biomolecule pentru a produce o familie mare și diversă de sisteme hibride polimer - biomoleculă, ce pot răspunde la stimulii biologici în aceeași manieră ca și la cei fizici și chimici. Combinând un polimer inteligent și o biomoleculă se produce un nou sistem biohibrid inteligent, ce poate combina sinergic proprietățile individuale ale celor doi componenți, pentru a produce proprietăți noi și neobișnuite. Se poate spune că biohibridii sunt dublu inteligenți. Există deja un număr de aplicații reușite în medicină și biotehnologie cu sisteme inteligente polimer - biomolecule, care reprezintă o extensie importantă a biomaterialelor polimerice dincolo de utilizările bine cunoscute ca implantate și dispozitive medicale.
- Realizarea de *suporturi pentru creșterea țesutului* (matrice extracelulară artificială pentru asigurarea spațiului de creștere a celulelor în scopul reorganizării țesutului funcțional) [67]. Întrucât protezele implantabile

realizate de om nu funcționează la fel de bine ca țesutul original sau nu mențin funcționalitatea țesutului natural pe perioade lungi de timp, se utilizează polimeri degradabili pentru a dezvolta tratamente ce vor permite organismului să se vindece singur, fără nevoia implantării permanente de dispozitive protetice artificiale [78]. Eșafodele destinate reconstruirii oaselor trebuie să mențină rezistența mecanică pentru a sprijini structura osului până la formarea noului os.

- Realizarea unor *dispozitive multifuncționale*, care permit combinarea mai multor funcții în același dispozitiv și necesită proiectarea de materiale speciale cu proprietăți predeterminate. De exemplu, disponibilitatea tijelor lungi osoase și a șuruburilor făcute din acid polilactic de rezistență superioară deschide posibilitatea combinării funcției de suport mecanic al dispozitivului cu o funcție de livrare a medicamentului într-un loc specific, spre exemplu, o tijă osoasă ce sprijină osul fracturat poate să stimuleze simultan creșterea țesutului osos la locul fracturii prin eliberarea lentă de factori de creștere a celulelor osoase.

### **Biocompozitele**

Analizate la nivel molecular și microstructural, țesuturile osoase pot fi considerate compozite cu un număr de nivele ierarhice. Proprietățile acestor țesuturi sunt anizotropice, iar unica posibilitate de a le înlocui cu produse artificiale identice este aceea de a utiliza materiale compozite.

Compozitele biomedicale reprezintă una dintre primele clase de materiale generale dezvoltate exclusiv în scopul realizării implantelor, dar costurile de dezvoltare ridicate și cantitățile reduse disponibile pe piață, au făcut ca, la momentul actual, să se utilizeze doar câteva biocompozite proiectate special pentru utilizarea biomedicală. Materialele compozite oferă avantaje unice în proiectare și fabricare, putând fi utilizate pentru a construi discuri intervertebrale prin duplicarea structurii naturale [2] sau plăcuțe de fixare și tije subțiri cu rigiditate controlată [174].

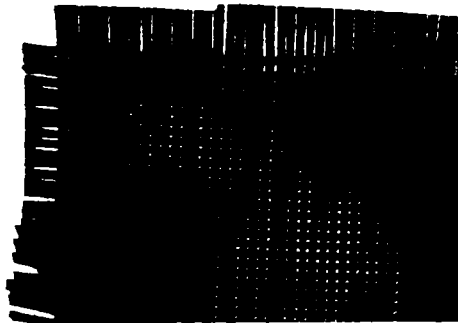
Similar tuturor biomaterialelor, biocompatibilitatea compozitelor este cea mai importantă caracteristică. Întrucât sunt compuse din două sau mai multe materiale, compozitele prezintă un risc mai mare de apariție a unor reacții adverse din partea organismului.

Avarierea unui implant din material compozit poate expune componentul durificator (fibrele sau particulele) la contactul cu mediul biologic înconjurător. Cele mai multe cazuri de avariere a compozitelor sunt precedate de avarierea interfeței dintre materialul de durificare și matrice, datorită îmbătrânirii termice sau a depășirii tensiunii la interfață.

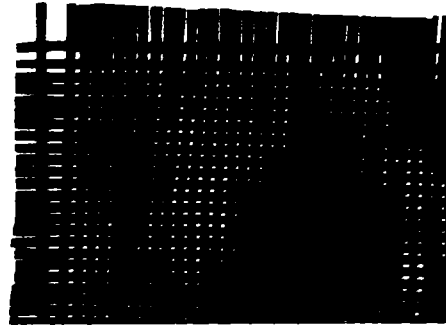
Transparența la radiații Roentgen este considerată un potențial avantaj al implantelor din materiale compozite (dispozitivele interne sau externe de fixare a fracturilor, care nu ecranează locul fracturii osului la radiografierea cu raze X).

Compozite polimerice cele mai utilizate sunt cele ranforsate cu fibre de carbon, care se caracterizează prin flexibilitatea proiectării, rezistența mecanică ridicată și greutatea specifică mică. Aceste compozite sunt materiale ideale pentru utilizare ortopedică, permițând redobândirea mersului sau chiar performanțele atletice la pacienții cu defecte de această natură [33]. Utilizarea acestor compozite presupune însă parcurgerea multor etape de verificări și testări, întrucât o parte dintre primele dispozitive de acest tip au avut efecte negative, care au impus retragerea lor de pe piață (UHMWPE ranforsată cu fibre de carbon scurte pentru aplicații ortopedice [77]).

În figurile 1.33 și 1.34 se prezintă câteva exemple de compozite sub formă de țesături din fibre de carbon și fibre de aramidă.



a) țesătură de fibre de carbon de grosime 0,14 mm

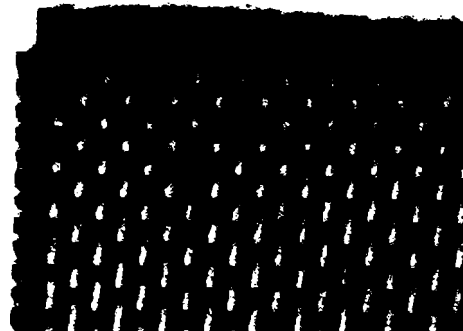


b) țesătură de fibre de carbon de grosime 0,23 mm

**Figura 1.33** Țesături de fibre de carbon de diferite grosimi



a) fibre de Kevlar (57%) țesute cu fibre de carbon (43%) de grosime 0,25 mm



b) fibre de Kevlar (40%) țesute cu fibre de carbon (60%) de grosime 0,28 mm

**Figura 1.34** Țesături de fibre de aramidă cu fibre de carbon în proporții diferite

Dintre compozitele care utilizează fibre polimerice, au fost cercetate și utilizate compozite cu fibre de tetraftalat de polietilenă, pentru utilizarea în ortopedie (discuri intervertebrale) [78]. Se mai folosesc compozite cu fibre din acid polilactic și poliglicolic și copolimerii acestora, folosite pentru eșafode pentru regenerarea țesuturilor [87]. Aceste fibre asociate cu o matrice biodegradabilă se utilizează pentru tije și plăci intramedulare biodegradabile [92], [175] și suporturi biodegradabile pentru regenerarea osului [74], [173].

Utilizarea materialelor compozite prezintă interes și pentru realizarea implantelor de șold, datorită posibilității de realizare a unor tije femurale a căror rigiditate să fie apropiată de cea a osului [22], spre deosebire de tijele metalice care, datorită modulului de elasticitate (110 GPa la aliajele de titan, 210 GPa la oțelul inoxidabil austenitic) mult mai mare decât cel al osului (17 – 24 GPa), preiau complet sarcinile din zona învecinată din os și provoacă astfel o resorbție a osului prin fenomenul de remodelare. Aceste materiale au în plus, față de materialele metalice, avantajul unei coroziuni mai reduse și cel al absenței emisiei de ioni metalici toxici.

**Concluzii**

1. Indiferent de formele de livrare, materialele pentru implante sunt testate chimic și structural pentru a se asigura compoziția chimică și microstructura în conformitate cu standardele industriale de materiale pentru implante chirurgicale.
2. Obiectivul științei biomaterialelor este acela de a stabili relația structură – proprietăți în beneficiul activității de proiectare a implantelor, precum și îmbunătățirea proprietăților mecanice și a altor proprietăți, în primul rând, a celor de suprafață, în scopul sporirii performanțelor biologice ale implantului (texturarea suprafeței implantului pentru optimizarea reacțiilor moleculare și celulare).
3. Proprietățile intrinseci ale materialelor, destinate implantelor (modulul de elasticitate, limita de curgere sau rezistența la oboseală, biocompatibilitatea) nu sunt singurii determinanți ai performanței și succesului implantelor.
4. Proiectarea neadecvată a implantului, selecția nepotrivită a materialului, erorile chirurgicale sau utilizarea necorespunzătoare a materialului pot conduce la eșecul unui implant [40].

## 2. STANDARDIZAREA ÎN DOMENIUL IMPLANTELOR OSOASE

### 2.1 Reglementări legislative privind dispozitivele medicale

Directivele europene privind dispozitivele medicale reprezintă reglementări elaborate de Comunitatea Europeană, cu putere de lege în țările membre, care conțin cerințele esențiale privind calitatea și securitatea impuse dispozitivelor medicale, în vederea eliminării barierelor tehnice din calea comerțului.

Aspectele legate de utilizarea propriu-zisă și descrierea implantelor și dispozitivelor medicale sunt reglementate în România de legi și hotărâri de guvern, dintre care, cele mai importante sunt *Legea 176/18.10.2000 privind dispozitivele medicale* și *HG 911/ 11.08.2005 privind stabilirea condițiilor de introducere pe piață și de punere în funcțiune a dispozitivelor medicale*, care impun o strânsă colaborare între echipele de chirurghi și producătorii implantelor și dispozitivelor medicale.

**Legea 176/ 18 octombrie 2000 privind dispozitivele medicale** a fost construită în România în conformitate cu **Directiva europeană 93/43/EEC din 14 iunie 1993** și modificată prin **Legea 434/ 25 octombrie 2004 pentru modificarea Legii nr. 176/2000 privind dispozitivele medicale**.

#### **Definiții și clasificări**

Prin **dispozitiv medical** se definește, conform legii 176/ 2000, orice instrument, aparat, mecanism, material sau alt articol utilizat singur sau în combinație, inclusiv softwar-ul necesar pentru aplicarea lui corectă, destinat de producător să fie folosit pentru om și care își îndeplinește acțiunea principală prevăzută în sau pe corpul uman prin mijloace farmacologice, imunologice sau metabolice, în scop de:

- diagnostic, prevenire, monitorizare, tratament sau alinare a durerii;
- diagnostic, supraveghere, tratament sau compensare a unei leziuni ori a unui handicap;
- investigație, înlocuire ori modificare a anatomiei sau a unui proces fiziologic;
- control al concepției;

Conform acestei legi, dispozitivele medicale pot fi:

- a) **dispozitiv medical activ** – orice dispozitiv medical a cărui funcționare se bazează pe o altă sursă de putere sau de energie decât aceea generată de organismul uman sau de gravitație;
- b) **dispozitiv medical implantabil activ** – orice dispozitiv medical activ care este destinat să fie introdus și să rămână implantat în corpul uman sau într-un orificiu al acestuia, parțial ori total, prin intervenție medicală sau chirurgicală;
- c) **acesoriu** – un articol care, deși nu este un dispozitiv medical, este prevăzut în mod special de către producător pentru a fi utilizat împreună cu un dispozitiv, în concordanță cu scopul utilizării;
- d) **dispozitiv medical pentru diagnostic in vitro** – orice dispozitiv care este un reactiv, produs de reacție, calibrator, material de control, chit,

instrument, aparat, echipament sau sistem, utilizat singur sau în combinație, destinat de producător pentru a fi utilizat *in vitro* pentru examinarea de probe, incluzând sânge și grefe de țesut, prelevate din corpul uman sau, în principal, numai în scopul obținerii unor informații:

- privind starea fiziologică sau patologică ori referitoare la o anomalie congenitală;
  - pentru a determina protecția și compatibilitatea cu un potențial recipient;
  - pentru monitorizarea măsurilor terapeutice; recipientele pentru probe sunt considerate dispozitive medicale pentru diagnostic *in vitro*; recipientele pentru probe sunt acele dispozitive, tip vacuum sau nu, destinate de către producător special pentru păstrarea inițială și pentru conservarea probelor obținute din organismul uman, în scopul unei examinări pentru diagnostic *in vitro*;
- e) **dispozitiv individual la comandă** – orice dispozitiv confecționat conform prescripției unui practician medical calificat care elaborează sub responsabilitatea sa caracteristicile constructive ale dispozitivului destinat pentru un pacient anume; prescripția poate fi, de asemenea, emisă de oricare altă persoană autorizată în virtutea calificării sale profesionale; dispozitivele medicale de serie mare trebuie să fie adaptate pentru a întruni cerințele specifice prescripției unui practician medical calificat sau altei persoane autorizate nu sunt considerate dispozitive individuale la comandă;
- f) **dispozitiv destinat investigației clinice** – orice dispozitiv prevăzut să fie utilizat de practicianul medical calificat, atunci când conduce investigația clinică într-un mediu clinic adecvat; în scopul realizării investigației clinice persoana care, în virtutea calificării sale profesionale, este autorizată să efectueze astfel de investigații, va fi acceptată ca echivalent cu practicianul medical calificat;
- g) **dispozitiv pentru autotestare** – orice dispozitiv destinat de producător pentru a fi utilizat la domiciliu;
- h) **dispozitiv pentru evaluarea performanței** – orice dispozitiv proiectat de producător pentru a fi subiectul unui sau mai multor studii de evaluare a performanței în laboratoarele de analize medicale sau în alte spații adecvate, în afara sediilor proprii.

Clasificarea dispozitivelor medicale se face după anumite reguli, menționate în Anexa XI a legii 176/2000. Una dintre acestea este **durata de utilizare** în organismul uman:

- *tranzitorie* – normal proiectat pentru folosire continuă, mai puțin de 60 de minute;
- *termen scurt* – normal proiectat pentru folosire continuă, dar nu mai mult de 30 de zile;
- *termen lung* – normal proiectat pentru folosire continuă, mai mult de 30 de zile.

O altă regulă de clasificare se bazează pe caracterul invaziv al dispozitivului.

Astfel, un **dispozitiv invaziv** este dispozitivul care se introduce în întregime sau în parte în interiorul corpului fie prin orificiile corpului, fie prin suprafața corpului (Anexa XI din legea 176/2000). Dispozitivul destinat să fie total introdus în corpul uman prin intervenție chirurgicală, și care rămâne fixat după procedură pentru cel puțin 30 de zile este considerat **dispozitiv implantabil**.

Conform acestei clasificări, dispozitivele folosite ca implante osoase sunt invazive.

Dispozitivele medicale sunt împărțite în clasele I, IIA, IIB și III, în funcție de riscurile prevăzute în utilizare, conform capitolului III din legea 176/2000.

Implantele pentru sistemul osos, conform acestei legi, pot fi cuprinse:

- în clasa IIA, dacă sunt destinate folosirii pe termen scurt;
- în clasa IIB (dispozitivele implantabile și cele chirurgicale invazive pe termen lung);
- în clasa III, dacă au efect biologic sau sunt destinate a fi absorbite în întregime ori în cea mai mare parte.

### **2.1.1 Reglementări privind cerințele standardelor în domeniul dispozitivelor medicale**

În conformitate cu Anexa 1 din legea 176/2000 cerințele esențiale impuse dispozitivelor medicale se referă la următoarele aspecte:

1. Dispozitivele trebuie să fie proiectate și realizate astfel încât, în condițiile de folosire în scopul prevăzut, să nu compromită sănătatea sau siguranța pacienților, siguranța și sănătatea celor care le utilizează sau a altor persoane. Riscul asociat folosirii dispozitivelor trebuie să rămână în limite acceptabile în raport cu beneficiul pacientului și cu un nivel ridicat de siguranță și de protecție a sănătății.
2. Soluțiile adoptate de către fabricant pentru proiectarea și construcția dispozitivelor trebuie să fie conforme cu principiile de siguranță, să țină seama de condițiile general recunoscute în domeniu. Pentru selectarea celor mai potrivite soluții producătorul trebuie să aplice următoarele principii:
  - să elimine sau să reducă riscurile cât mai mult posibil prin proiectare și construcție sigură;
  - să ia măsuri de protecție adecvate acolo unde este cazul, inclusiv alarme, dacă este necesar, în legătură cu riscurile care nu pot fi eliminate;
  - să informeze utilizatorii despre riscurile rămase, datorate insuficiențelor măsuri de protecție adoptate.
3. Dispozitivele trebuie să realizeze scopul propus intenționat de fabricant și să fie proiectate, construite și ambalate astfel încât să fie potrivite pentru una sau mai multe funcțiuni, după cum specifică producătorul.
4. Caracteristicile și performanțele specifice nu trebuie să se deprecieze astfel încât să compromită în condiții clinice siguranța pacienților și, după caz, a altor persoane pe întreaga durată de funcționare indicată de producător, atunci când dispozitivul este supus utilizării intensive în timpul condițiilor normale de folosire.
5. Dispozitivele trebuie să fie proiectate, fabricate și ambalate astfel încât caracteristicile și performanțele lor în timpul folosirii să nu fie afectate ca urmare a transportului și depozitării conforme cu instrucțiunile prevăzute de producător.
6. Orice efect secundar nedorit trebuie să constituie un risc acceptabil în raport cu beneficiul pacientului.

Cerințele cu privire la proiectarea și construcția dispozitivelor implantabile se referă la:

- a) Proprietățile chimice, fizice și biologice (toxicitatea și inflamabilitatea materialelor folosite, compatibilitatea dintre materialele folosite și țesuturile biologice, minimizarea riscului de contaminare a persoanelor implicate în transportul și în depozitarea acestora, reducerea riscului datorat



- substanțelor care se scurg din dispozitiv și a celor care pătrund în dispozitiv);
- b) Infecția și contaminarea microbiană (eliminarea sau reducerea la minimum a riscului de infecție, controlul și supravegherea veterinară a țesuturilor de origine animală, sterilizarea printr-o metodă validată și menținerea sterilității, ambalarea și etichetarea corespunzătoare);
  - c) Protecția împotriva iradierii (controlul emisiilor de către utilizator, avertismentele privind existența emisiilor, monitorizarea și controlul dozei, tipul și energia fasciculului de raze, ș.a.);
  - d) Cerințe specifice pentru dispozitive medicale conectate la o sursă de energie sau echipate cu o sursă de energie (echiparea cu mijloace de determinare a stării de alimentare a sursei, cu sistem de alarmă pentru a semnaliza orice cădere a sursei, reducerea riscurilor de formare a câmpurilor electromagnetice și a șocului electric accidental, reducerea vibrațiilor, zgomotului și emisiilor de căldură).

Standardele armonizate adoptate ca SR EN sub incidența directivei: 93/42/EC *Medical Devices*, în conformitate cu OJ C 216 din 2006-09-07, sunt cuprinse în Anexa 1.

**Directiva 98/79/EC din 27 octombrie 1998 privind dispozitivele medicale de diagnostic *in vitro*** se aplică acestor dispozitive și accesoriilor acestora. În scopul acestei directive, conform articolului 1 punctul 2, se aplică următoarele definiții:

- a) *dispozitivul medical de diagnostic in vitro* reprezintă orice dispozitiv medical care este un reactiv, produs reactiv, aparat de etalonare, material de control, trusă de scule, instrument, aparat, echipament sau sistem, fie utilizate singure sau în combinații, fabricate de către producător a fi utilizate pentru examinarea probelor *in vitro*, incluzând sângele, țesuturile donate provenite din organismul uman, exclusiv pentru scopul de a furniza informații:
  - privind o stare fiziologică sau patologică sau
  - privind o anormalitate congenitală sau
  - de a determina siguranța și compatibilitatea cu recipienți potențiali sau
  - de a monitoriza măsuri terapeutice.

Recipienții pentru probe sunt considerați a fi dispozitive medicale de diagnostic *in vitro*. Recipienții pentru probe sunt acele dispozitive fie de tipul cu vid sau nu, fabricate de către producători cu scopul păstrării și a siguranței primare a probelor provenite din corpul uman în scopul examinării pentru diagnosticarea *in vitro*.

Produsele pentru utilizarea în laboratoare nu sunt dispozitive medicale pentru diagnostic *in vitro*, în afară de cazul în care aceste produse au descris printre caracteristici, specificate intenționat de către producător a fi utilizate pentru examinarea de diagnosticare *in vitro*.

- b) *acesoriu* înseamnă un articol care, în timp ce nu este un dispozitiv medical pentru diagnostic *in vitro* are scopul intenționat de producător de a fi utilizat împreună cu un dispozitiv pentru a-l face capabil de a fi utilizat în acord cu scopul intenționat.

Pentru scopul acestei definiții, dispozitivele pentru probe invazive sau cele care sunt direct aplicate organismului uman pentru a obține o probă în sensul

Directivei 93/42/EEC (Legea 176/2000) nu este considerat a fi accesoriu pentru un dispozitiv medical de diagnostic *in vitro*.

- c) *dispozitiv pentru autotestare* reprezintă orice dispozitiv intenționat de către producător a fi capabil de a fi utilizat de persoane acasă.
- d) *dispozitive pentru evaluarea performanței* reprezintă orice dispozitiv intenționat de către producător de a fi obiectul uneia sau mai multor studii de evaluare a performanței în laboratoarele de analize medicale sau în alte medii corespunzătoare în afara premiselor proprii.

Conform articolului 1 punctul 3 al acestei directive, materialele de calibrare și control se referă la orice substanță, material sau articol intenționat de către producător fie de a stabili relații de măsurare, fie de a verifica caracteristicile de performanță ale unui dispozitiv în conjuncție cu utilizarea propusă a dispozitivului respectiv.

Conform articolului 3, *Cerințe esențiale* al Directivei 98/79/EC din 1998, dispozitivele trebuie să respecte cerințele esențiale din Anexa 1 a acestei directive și anume:

1. Dispozitivele trebuie să fie proiectate și produse astfel încât, când sunt utilizate în condițiile și scopul intenționat, să nu compromită direct sau indirect condiția clinică sau siguranța pacienților, siguranța sau sănătatea utilizatorilor sau unde este aplicabil, altor persoane sau siguranței proprietății. Trebuie acceptat orice risc ce poate fi asociat cu utilizarea lor, când se compară cu beneficiile pacientului și este compatibil cu un nivel ridicat de protecție a sănătății și siguranței.
2. Soluțiile adoptate de producător pentru proiectarea și realizarea dispozitivelor trebuie să respecte principiile de siguranță ținând cont de recunoașterea generală a stadiului tehnicii.

Pentru selectarea soluțiilor celor mai potrivite, producătorul trebuie să aplice următoarele principii în ordinea următoare:

- eliminarea sau reducerea riscurilor cât de mult este posibil (proiectarea și realizarea de siguranță inerentă);
  - se iau măsuri de protecție adecvate corespunzătoare legate de riscuri ce nu pot fi eliminate;
  - informarea utilizatorilor de riscurile rămase datorate oricărei insuficiențe a măsurilor de protecție adoptate.
3. Dispozitivele trebuie să fie proiectate și fabricate astfel încât să fie potrivite scopurilor specificate de către producător, ținând seama de recunoașterea generală a stadiului tehnicii. Ele trebuie să atingă performanțele, în particular, cele specifice, în termeni de sensibilitate analitică, sensibilitate la diagnosticare, specificitate analitică, specificitate de diagnosticare, acuratețe, repetabilitate, reproductibilitate, incluzând controlul interferenței relevante cunoscute și limitele detectării, enunțate de producător.
  4. Caracteristicile și performanțele descrise în paragrafele 1 și 3 nu trebuie să fie afectate advers într-un asemenea grad încât sănătatea sau siguranța pacientului sau utilizatorului și unde este aplicabil altei persoane să fie compromise pe parcursul vieții dispozitivului, cum este indicat de producător, când dispozitivul este supus tensiunilor ce pot avea loc în timpul utilizării în condiții normale. Când nu este specificată durata de viață se aplică la fel, pentru durata de viață rezonabilă așteptată a dispozitivului de acel tip, având în vedere scopul intenționat și utilizarea anticipată a dispozitivului.

5. Dispozitivele trebuie să fie proiectate, fabricate și împachetate astfel încât caracteristicile acestora și performanțele în timpul utilizării propuse să nu fie afectate advers în condiții de depozitare și transport (temperatură, umiditate, etc.) ținând seama de instrucțiunile și informațiile furnizate de producător.

Standardele armonizate adoptate ca SR EN sub incidența directivei 98/79/EC *In Vitro Diagnostic Medical Devices*, în conformitate cu OJ C 216 din 2006-09-07 sunt cuprinse în Anexa 2.

**Directiva 90/385/EEC privind abordarea legilor Statelor Membre referitoare la dispozitivele medicale implantabile active** se aplică acestor tipuri de dispozitive. Conform articolului 1 punctul 2, pentru scopul acestei directive se aplică următoarele definiții:

- *Dispozitiv medical activ* reprezintă orice dispozitiv medical care funcționează cu ajutorul unei surse de energie electrică sau orice sursă de putere alta decât generată direct de organismul uman sau gravitație.
- *Dispozitiv medical implantabil activ* reprezintă orice dispozitiv medical activ care este destinat a fi total sau parțial introdus, chirurgical sau medical, în corpul uman sau prin intervenție medicală într-un orificiu natural și care este destinat a rămâne după procedură.
- *Dispozitiv de construcție specială* reprezintă orice dispozitiv medical implantabil activ făcut special în acord cu prescripțiile scrise de un medic specialist care dă, sub responsabilitatea lui, caracteristici specifice de proiectare și este destinat a fi utilizat numai pentru un pacient numit individual.
- *Dispozitiv destinat pentru investigații clinice* reprezintă orice dispozitiv medical implantabil activ destinat pentru utilizarea unui doctor specialist când conduce investigații într-un mediu clinic uman adecvat.

Standardele armonizate adoptate ca SR EN sub incidența directivei: 90/385/EEC *Active implantable Medical Devices*, în conformitate cu OJ C 216 din 2006-09-07, sunt cuprinse în Anexa 3.

Dintre standardele privind implantele chirurgicale neactive adoptate și armonizate în România se amintesc:

SR EN 14630: 1997 *Implanturi chirurgicale neactive. Cerințe generale*

SR EN 14602: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Implanturi pentru osteosinteză. Cerințe particulare*

SR EN 12010: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulațiilor. Cerințe particulare*

SR EN 12563: 2000 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației. Cerințe specifice pentru protezele articulației de șold*

SR EN 12564: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației. Cerințe specifice pentru protezele articulației de genunchi*

SR ISO 7206-1: 1999 *Implanturi chirurgicale. Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 1: Clasificarea și desemnarea dimensiunilor*

SR ISO 9583: 1995 *Implanturi chirurgicale. Încercări nedistructive. Verificare cu lichide penetrante aplicată implanturilor chirurgicale metalice*

SR EN 12011: 2000 *Instrumentar utilizat în asociere cu implanturi chirurgicale neactive. Cerințe generale*

## 2.2 Standardizarea în domeniul calității implantelor osoase

### 2.2.1 Strategii globale privind certificarea calității

Certificarea calității reprezintă tehnologia de confirmare a încrederii beneficiarului în produs și în producător. Ea este o concepție managerială modernă, care asigură un plus de credibilitate față de anumite produse și constituie un adevărat pașaport pentru pătrunderea pe anumite piețe.

Toate statele dezvoltate dispun de *sisteme naționale de certificare* la care apelează producătorii pentru a deveni mai credibili cu produsele lor în fața cumpărătorilor. De exemplu, *Instituția Britanică pentru Standarde (BSI)*, *Oficiul pentru Supraveghere Tehnică (TUV)* în Germania, *Asociația Franceză a Normalizării (ANFOR)*, *Consiliul Canadian pentru Standarde*, *Administrația de Stat pentru Controlul Mărfurilor (China)*, etc.

Pe piața Uniunii Europene nu pot fi comercializate produse care nu au marcat pe produs sau pe ambalaj CE, dacă pentru familia respectivă de produse există directive în acest sens. Trebuie însă menționat că, oricât de bun și de modern ar fi sistemul național de certificare, el nu va putea duce la o eficiență scontată dacă reprezintă firme care au produse sau servicii de slabă calitate. O abordare cu profesionalism a construirii și implementării unui sistem de certificare a calității după SR EN ISO 9000: 2006 *Sisteme de management al calității. Principii fundamentale și vocabular*, poate constitui o cale de menținere pe piață într-un climat concurențial puternic.

Avantajele producătorilor prin certificarea calității sunt:

- promovarea exporturilor și a accesului pe piețele interne;
- depășirea concurenței;
- condiții mai avantajoase la desfacere;
- creșterea competitivității;
- creșterea încrederii în produsele obținute.

Certificarea calității nu este obligatorie. Dar ținând seama de avantajele pe care le prezintă, unitățile de producție trebuie să se preocupe pentru implementarea acestui sistem cât mai repede și cât mai eficient.

Certificarea calității se face *voluntar*, la cererea producătorului, sau *obligatoriu* pentru unele produse care trebuie să asigure securitatea și protecția consumatorului și a mediului. Certificarea se face de organisme proprii (de exemplu Comisia Națională de Standarde, Metrologie și Calitate) sau se poate apela la organisme internaționale contra unei sume destul de mari.

În România, sistemul național de certificare a calității s-a constituit în baza OG 38/30.01.1998 *privind acreditarea și infrastructura pentru evaluarea conformității* și s-a îmbunătățit prin HG 168/5.05.1997 *privind regimul produselor și serviciilor care pot pune în pericol viața, sănătatea, securitatea muncii și protecția mediului înconjurător*.

Conform acestor hotărâri, produsele, indiferent de proveniență, trebuie să fie însoțite la desfacere de *certIFICATE DE CONFORMITATE*. Certificatul de conformitate

este un act prin care o terță parte confirmă că un produs sau un serviciu este conform cu un standard sau cu un alt document normativ.

Certificarea calității produselor și serviciilor, precum și acordarea *mărcilor de certificare* a *conformității* se efectuează de către un organism neutru, acreditat, compus din reprezentanți ai tuturor factorilor interesați în certificare (reprezentanți ai ministerelor, producătorilor, laboratoarelor acreditate, organizațiilor de consumatori).

Marca de certificare a conformității este o marcă înregistrată aplicată conform unui sistem de certificare și oferă consumatorului încrederea că produsul este în conformitate cu un anumit standard sau cu un alt document normativ.

Certificatul de conformitate și marca de certificare a conformității se înregistrează la *Institutul Român de Standardizare (IRS)* și la *Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci (OSIM)*. Aceste documente permit accesul produselor românești pe piețele internaționale în care este obligatorie certificarea calității.

Produsele din import trebuie certificate de organisme de certificare acreditate și recunoscute de România prin acorduri încheiate în cadrul *sistemului național de certificare a calității*.

În lipsa unor organisme de certificare acreditate, se admite certificarea prin *declarația de conformitate* dată de furnizor pe propria răspundere, în condițiile prevăzute de *SR EN ISO/ CEI 17050-2: 2005 Criterii generale pentru declarația de conformitate a furnizorului (Ghid ISO/ CEI 22: 1996)*. Declarația de conformitate trebuie însoțită de rezultatele obținute la verificările efectuate asupra produsului de către furnizor. În caz de neconformitate asupra calității produselor și asupra documentelor care însoțesc declarația de conformitate, beneficiarul sau organele de control abilitate pot efectua verificări în laboratoare acreditate sau în laboratoare neutre specializate, notificate de *Institutul Român de Standardizare*.

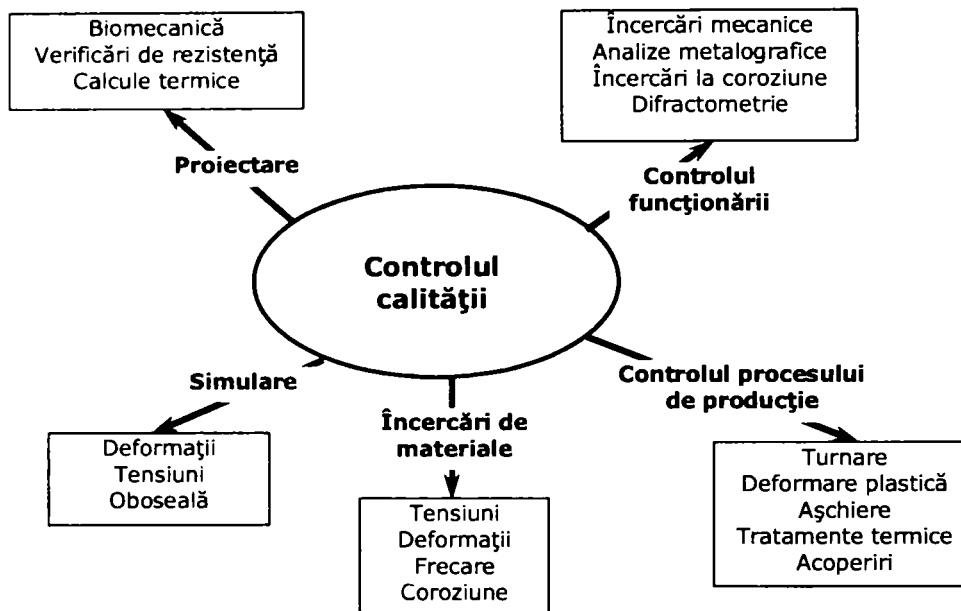
În țara noastră, sistemul național de certificare a calității este coordonat de *Institutul Român de Standardizare (IRS)*, care facilitează încheierea unor acorduri între organisme de certificare și laboratoare de încercări din alte țări.

Reglementările și procedurile de certificare se stabilesc însă și în concordanță cu standardele românești referitoare la certificarea calității.

Cerințele speciale impuse implantelor și altor dispozitive medicale, precum și mediul concurențial de pe piața acestor produse, impun controlul exigent și perfecționarea continuă a calității. Aceasta nu se poate atinge decât dacă toți factorii care concurează la obținerea produselor se preocupă să producă numai acele bunuri care sunt cerute de consumatori și la calitatea dorită de aceștia.

În figura 2.1 se prezintă metode de verificare, încercare și control folosite în sistemul calității din domeniul implantelor și al altor dispozitive medicale.

După ce un produs nou și-a clarificat cerințele primare, continuă procesul de conformitate pentru asigurarea calității dispozitivului sau implantelor finale [44]. Modificările aduse unui produs existent (schimbarea unui material cu un alt material bine caracterizat sau un biomaterial nou) pot impune o reautorizare sau revizuirea autorizării anterioare. De asemenea, producătorii pot cere un document în care se să specifice că modificările nu afectează siguranța și eficacitatea dispozitivului sau a implantului. În general, toate prevederile privind dispozitivele sunt în sarcina producătorilor pentru a documenta controlul calității biomaterialelor, fără de care dispozitivele medicale nu pot fi fabricate.



**Figura 2.1** Metode utilizate în procesul controlului calității

Prevederi specifice de control al implantelor pot fi [44]:

- Documente ghid sau cerințe specifice dispozitivului;
- Adoptarea standardelor internaționale pentru materiale și cerințe de încercare;
- Cerințe pentru validarea și verificarea performanțelor materialului din care este fabricat dispozitivul;
- Controlul producției și al investiției pentru asigurarea continuă a calității și performanței.

Reglementările și cerințele referitoare la dispozitivele medicale se concentrează pe interesele pentru siguranța și eficacitatea acestora în condițiile utilizării stricte a dispozitivului medical pentru scopul propus. Deteriorarea potențială provenită din utilizarea unui material nesigur trebuie privită în contextul utilizării dispozitivului. Prin urmare, se impun mai multe încercări riguroase pentru siguranța și eficacitatea materialelor folosite la dispozitivele cu expunere îndelungată, cum sunt cele utilizate la restaurarea sau îmbunătățirea unor funcții ale organismului.

Producătorii de dispozitive medicale trebuie, de asemenea, să ia în considerare cerințele de reglementare când realizează dezvoltarea unui nou produs. Aceste cerințe pot fi o parte a sarcinii necesitate în orice fază a planului inițial de proiectare. Producătorii de dispozitive medicale trebuie să determine cerințele de conformitate pe baza produselor de pe piață, a precedentelor istorice și standardelor aplicabile. Comitetele de armonizare și organizare se străduiesc să realizeze siguranța și eficacitatea dispozitivelor medicale la cerințele globale. Documentația de conformitate la standardele internaționale și cerințele esențiale vor deveni o funcție importantă pentru toți producătorii de dispozitive medicale.

Uniunea Europeană a adoptat în anul 1993, respectiv în 1990, *Directiva asupra dispozitivelor medicale (Medical Devices Directive – MDD)* și *Directiva asupra dispozitivelor medicale implantabile active (Active Implantable Medical Devices Directive – AIMDD)*. Elaborarea generală a acestor directive a fost construită pe baza standardelor internaționale recunoscute și a cerințelor esențiale (*Essential*

*Requirements*). Cerințele esențiale specifice se referă la proprietățile chimice, fizice și biologice, care garantează caracteristicile și performanța produsului. Demonstrația de conformitate privind cerințele esențiale este în directă legătură cu demonstrația respectării standardelor europene recunoscute sau a celor la nivel internațional.

Pentru a demonstra conformitatea biomaterialelor se recurge la standardele specifice, precum și la o serie de încercări, care constituie cerințe adiționale pentru sistemul complet al calității, devenind norme internaționale. U.S. FDA (*Administrația hranei și medicamentelor – Food and Drug Administration*) *Good Manufacturing Practices* a armonizat standardul cunoscut ISO 9000: 2005 *Quality management systems - Fundamentals and vocabulary*, reglementarea revizuită numindu-se *Reglementarea sistemului calității (Quality System Reglementation – QSR)* și conține principiile generale ale controlului proiectării, revizii și analiza de risc.

Standardul **SR EN ISO 13485: 2004 Dispozitive medicale. Sisteme de management al calității. Cerințe pentru scopuri de reglementare**, este un standard cu „unitate autonomă” pentru producătorii de dispozitive medicale, independent de SR EN ISO 9000: 2006 *Sisteme de management al calității. Principii fundamentale și vocabular*. Acest standard (SR EN ISO 13485: 2004) specifică cerințele pentru un sistem de management al calității acolo unde o organizație are nevoie să demonstreze capacitatea sa de a furniza dispozitive medicale și serviciile aferente care satisfac, în mod constant, cerințele clientului și cerințele de reglementare aplicabile la dispozitivele medicale și serviciile aferente [217].

Standardele internaționale specifice produsului pentru calitatea acestuia și evaluare au devenit parte integrantă a multor programe de reglementare din lume.

## 2.2.2 Reglementări privind selecția și utilizarea biomaterialelor

Cerințele impuse unui biomaterial utilizat la realizarea unui produs medical depind, în mod esențial, de durata de utilizare și de clasa de risc a produsului. Toate reglementările referitoare la dispozitivele medicale cuprind și referiri la materialele utilizate așa încât, reglementarea biomaterialelor depinde, în primul rând, de riscul asociat cu destinația utilizării produsului.

În afara acestor reglementări, există o serie de standarde cu referire strictă la materialele destinate implantelor (spre exemplu, seria de standarde SR ISO 5832 (părțile 1-14 din anii 1996-2007), prezentată sub titlul general *Implanturi chirurgicale. Produse metalice*).

Aceste standarde cuprind o serie de cerințe pe care trebuie să le îndeplinească materialele destinate confecționării implantelor:

- compoziția chimică corespunzătoare, stabilită pe șarjă de topitură sau lingouri;
- microstructura după recoacere trebuie să fie conformă din punctul de vedere al mărimii de grăunte, conținutului de incluziuni, absenței sau prezenței anumitor faze, spre exemplu, oțelurile inoxidabile nu trebuie să conțină faza alfa;
- caracteristicile mecanice determinate pe epruvete prelevate conform standardelor de încercări mecanice trebuie să se încadreze între limitele specificate în aceste standarde;
- încercările mecanice executate pentru determinarea conformității materialelor trebuie să se încadreze între valorile specificate de aceste standarde.

În Statele Unite, standardele de biomateriale destinate implantelor chirurgicale sunt realizate pe baza aprobărilor unanime ale organizațiilor

reprezentate prin *Societatea americană pentru comisia de încercări și materiale F-4* (ASTM F-4) (*American Society for Testing and Materials Committee*) reprezentând majoritatea dispozitivelor implantabile.

Reglementările privind biomaterialele și dispozitivele chirurgicale implantabile trebuie să facă apel la surse naționale și internaționale din literatura privind produsul, sursa principală de informație fiind standardul specific biomaterialului [44].

### 2.2.3 Controlul proiectării și analiza de risc

Controlul proiectării și revizuirea proiectelor, cuplate cu analiza de risc, reprezintă cerințe fundamentale pentru dezvoltarea produse medicale din Clasa II și Clasa III de risc. Un plan de proiectare este revizuit la începutul ciclului de dezvoltare al produsului și apoi, de fiecare dată când este necesar, pe măsura evoluției programului.

Stadiile caracteristice ale proiectării inițiale sau ale revizuirii proiectului inițial sunt următoarele [44]:

- faza de concept (care are ca punct de plecare cerințele impuse și informațiile tehnice sau experiența anterioară);
- faza de dezvoltare (care poate cuprinde încercări pe animale și comparații cu alte dispozitive similare);
- faza de evaluare clinică (include investigații experimentale pe subiecți umani);
- faza de introducere pe piață (include perfecționarea tehnologiei și tranferul spre producție).

Se poate constata existența unor diferențe privind cerințele de reglementare în diferite țări, care pot conduce la grade de dificultate diferite pentru realizarea unui nou produs medical. Cele mai multe țări impun demonstrații prin care să dovedească faptul că dispozitivul medical este sigur și eficient pentru scopul propus și îndeplinește cerințe esențiale bine definite pentru siguranță [45].

Analiza de risc reprezintă o metodă prin care producătorii de dispozitive medicale comunică organelor de reglementare modul în care a fost asigurată siguranța produsului.

Standardele internaționale au recunoscut ghidul ce prevede analiza de risc (*SR EN ISO 14971: 2003*) [274], aceasta devenind astfel o procedură standardizată utilizată la determinarea tipurilor de control și atenuare, necesare pentru asigurarea siguranței produsului și a factorului uman pentru cele mai multe dispozitive medicale noi sau modernizate. Metodele analizei de risc sunt utilizate și pentru transferul proiectului spre producție, pentru a stabili etapele cele mai critice ale procesului de asigurarea calității.

În Europa, odată cu demonstrarea explicită a conformității unui dispozitiv medical cu cerințele esențiale ale MDD sau AIMDD, companiile pot înregistra un *certificat de conformitate* sau să răspundă unui *organism notificat*, care conduce o examinare, pentru a asigura conformitatea.

Metoda de evaluare a conformității este descrisă în directive și este determinată de clasificarea dispozitivelor și a regulilor aplicabile, ținând seama și de stratagemă pe bază de risc.

Pentru orice dispozitiv medical realizat într-o țară din Uniunea Europeană și în alte țări, care au adoptat voluntar recunoașterea marcajului CE, anterior vânzării, este obligatorie aplicarea marcajului, pe baza evaluării conformității.



În Statele Unite, U.S. FDA impune producătorilor să demonstreze siguranța și eficacitatea produsului, mai puțin în cazul dispozitivelor echivalente cu produse marcate legal în Statele Unite. Această cerință este valabilă pentru cele mai multe produse noi, fără echivalențe și pentru produsele cu riscuri ridicate bine definite. Dispozitivele medicale din Clasele I și II pot fi marcate fără autorizarea primordială a FDA, fiind suficiente aplicarea sistemului de control al producției (*Reglementarea sistemului calității – Quality System Regulations*) și respectarea documentației de execuție.

### 2.2.4 Controlul producției

În cele mai multe proiecte de reglementare, respectarea metodelor acceptate de producție este o cerință standard, deși obligațiile specifice și criteriile cerute sunt diferite de la țară la țară.

U.S. FDA a dezvoltat un sistem care prevede inspecția periodică a laboratoarelor de producție pe baza unei strategii bazate pe analiza de risc. Sunt impuse, de asemenea, limitări specifice pentru cazul modificărilor făcute de producătorii dispozitivelor din Clasa III, după introducerea pe piață. FDA are reglementări privind abrogările, scoaterea de pe piață a unor produse și corecțiile necesare în programele de acțiune preventivă pe piața produselor [45].

Eventualele reglementări noi, necesare după ce produsul a fost aprobat, în timpul etapei de vânzare și distribuție a dispozitivelor medicale, necesită respectarea standardelor metodelor de producție. Acestea includ restricții plasate în prospectul produsului și în conținutul etichetei.

Cele mai multe proiecte de reglementare cer, de asemenea, comunicarea efectelor adverse. Gradul de risc, ce trebuie raportat agențiilor guvernamentale, diferă de la o țară la alta, dar există o serie de constrângeri reglementatorii tipice pentru dispozitivele implantabile de mare risc [44].

### 2.2.5 Procese clinice

Cerințele de bază pentru dirijarea proceselor clinice umane continuă să fie armonizate internațional, deși se constată existența unor diferențe semnificative de la o țară la alta. Limitările impuse în diferite țări la inițierea unui proces clinic diferă încă, dar, odată ce procesul este în curs de desfășurare, se tinde către un nivel similar al drepturilor pacientului și obligațiilor investigatorului. Interesele europene cu privire la intimitatea pacientului preced reglementările din Statele Unite cu privire la acest aspect, care constituie totodată o preocupare a comisiilor de protocoale efectuate pe subiecți umani [44], [75].

FDA precizează cerințele impuse pentru evaluările clinice ale dispozitivelor cu risc semnificativ pe pacienți umani, impunând un protocol sau un plan de studiu și, cu câteva mici excepții, consimțământul pacientului pentru încercarea dispozitivului sau materialului neaprobat pe un subiect uman. Investigatorii trebuie specializați în utilizarea produsului, să semneze un acord pentru a conduce studiul și să precizeze aspectele financiare ale studiului [48]. FDA solicită aprobarea unui *Departament de revizuire instituțional (Institutional Review Board – IRB)*, cunoscut drept comitet al subiecților umani sau comitetul etic pentru a controla studiile efectuate de *Institutul național de sănătate (National Institute of Health)* din Statele Unite sau de alte agenții de reglementare internațională. Formularele de raportare a cazului și metodele de colectare a datelor trebuie elaborate cu profesionalism pentru a furniza datele cerute în sprijinul prospectului produsului sub studiu [75]. Toate aceste

cerințe sunt stipulate și în directivele dispozitivelor medicale europene, dar fiecare stat este responsabil de implementările și conformitățile lui.

Procesele clinice pentru dispozitive medicale ce conțin biomateriale trebuie să conducă la obținerea unor date evidente și obiective privind siguranța dispozitivului și indirect siguranța biomaterialului utilizat în dispozitiv. Orice problemă de siguranță apărută în utilizarea biomaterialului pe parcursul studiilor trebuie raportată ca fiind parte a efectelor adverse ale procesului clinic [75], [181]. În egală măsură, orice revendicare de performanță specială atribuită biomaterialului (cum ar fi creșterea țesutului viu) trebuie să fie evaluată mai întâi în cadrul studiului animal preclinic și ulterior, dacă este posibil, și în studiul clinic [50].

O serie de criterii de performanță ale biomaterialului pot fi demonstrate, prin măsurători indirecte sau neagresive, cum sunt razele X, astfel încât unele performanțe, cum ar fi creșterea țesutului sau a biocompatibilității, pot fi demonstrate în mod evident doar prin studiile clinice efectuate pe animale pentru a demonstra caracteristicile interfeței [127], [128]. Studiile pe animale sunt baza pentru predicția performanței în aplicațiile umane, dar au totuși o serie de limitări impuse de diferențele de anatomie ale animalului și caracteristicile diferite de vindecare, comparativ cu ale omului [128].

### 2.2.6 Conservarea și depozitarea dispozitivelor medicale

Caracterizarea proprietăților fizice și încercările de durabilitate ale biomaterialului în condițiile utilizării reprezintă elemente foarte importante pentru funcționarea unui implant. Multe dintre avariile pe care le suferă dispozitivele medicale se explică prin modificarea în timp a unor caracteristici fizico-chimice ale materialului [178].

Stabilitatea materialelor destinate dispozitivelor medicale pe durata de depozitare a devenit o cerință esențială, iar importanța acesteia crește pe măsură ce producătorii de dispozitive medicale încorporează medicamente și produse biologice ca tratamente de suprafață pe dispozitivele medicale [136].

Sterilizarea produsului, efectuată înainte de livrare și, mai cu seamă, la utilizare, poate afecta adesea performanța biomaterialului, deși unele efecte rezultate în urma sterilizării nu sunt ușor de evidențiat [96]. Din aceste motive, prin cerințe ale organismelor notificate, sunt impuse încercări de performanță ale materialelor, care să se efectueze după același ciclu de sterilizare ce urmează a fi aplicat la produsul finit [97], [197].

### 2.2.7 Reglementări privind modificarea dispozitivelor medicale

O modificare efectuată asupra unui dispozitiv medical aflat deja pe piață poate fi efectuată doar cu respectarea reglementărilor privind controlul proiectării în condițiile noilor cerințe de intrare în procesul de proiectare al produsului. Companiile care se ocupă cu studiile clinice, au nevoie de o strategie de stabilire a modificărilor constructive sau de înlocuire a unui biomaterial [44]. În cazul unui studiu cu riscuri nesemnificative, nu va fi anunțat organismul de notificare. Cu toate acestea, este recomandată consultarea unei *Comisii de revizii instituționale (Institutional Review Board)* în legătură cu orice modificare a materialului, dacă există îndoeli cu privire la siguranța și riscul pacientului deși, în cele mai multe cazuri, un studiu de risc nesemnificativ nu implică un biomaterial care ar putea expune pacientul la riscuri [48]. Modificările de materiale trebuie realizate în acord cu procedurile de acțiune specifice companiei, inclusiv prin revizuirea proiectării și a sistemului de

documentație. În cazul în care modificarea nu poate fi realizată în condiții de siguranță, se apelează la organismele de notificare, deoarece modificarea materialului necesită efectuarea unui studiu [97].

Dacă modificările sunt realizate pe un produs vândut, ca rezultat al unui deces sau a raportării de răniri grave sau pentru a preveni asemenea răniri grave, modificarea poate fi dispusă de către organismul de notificare, iar produsele similare sunt retrase de pe piață [119].

Reglementările privind dispozitivele medicale și procesele de utilizare a biomaterialelor pentru noi produse medicale se schimbă în timp relativ scurt, ceea ce impune actualizarea permanentă a procedurilor [44], [97], [119].

## 2.2.8 Procesul de dezvoltare a standardizării

În condițiile în care procesul de dezvoltare și introducerea de noi dispozitive pentru implantate chirurgicale continuă să fie foarte dinamic, se constată și o dezvoltare constantă a cercetărilor brevetate și dezvoltărilor de produse în sectorul industrial, ceea ce conduce la un impuls puternic în direcția afirmării unor noi concepții privind standardizarea [199].

În Statele Unite, standardele sunt dezvoltate de către comisiile specializate ale unor organizații, spre exemplu, *Asociația pentru progresul instrumentației medicale (Association for the Advancement of Medical Instrumentation – AAMI)*.

*Institutul de standardizare american național (American National Standards Institute – ANSI)* colaborează cu alte organizații naționale pentru dezvoltarea standardelor internaționale din *Organizația internațională de standardizare (ISO)*, cum este TC 150 pentru *Materiale medicale și dispozitive (Medical Materials and Devices)* și TC 194 pentru *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale (Biological Evaluation of Medical Devices)*.

Comisii similare există și în alte țări: *Asociația canadiană de standardizare (Canadian Standards Association – CSA)*, *Institutul de standardizare britanic (British Standards Institute – BSI)*, *Asociația franceză de standardizare (Association Francaise de Normalisation – AFNOR)* în Franța, *Institutul german pentru standardizare (Deutsches Institut für Normung – DIN)* în Germania, *Asociația Română de Standardizare (ASRO)* în România.

Dezvoltarea standardelor pentru materiale medicale și chirurgicale și dispozitive medicale este rezultatul interacțiunilor multiple între cercetătorii din domeniul științelor de bază, cercetare aplicată, marketing, agenții de reglementare, asociații profesionale, profesioniști legali din asigurări, beneficiari de dispozitive și firme de avocați [45]. Procesul de standardizare trebuie să aibă ca finalitate obținerea unor opinii satisfăcătoare unanim acceptate ale tuturor acestor grupuri de interes [83].

Procesul de elaborare a unui standard este demarat la primirea unei solicitări de către un membru al grupului de lucru sau o subcomisie și acceptarea ei de către comisia executivă. Subcomisia de specialitate realizează un document de referință care este revizuit de mai multe ori (de obicei de 3 până la 5 ori) înainte de a ajunge la un consens [83]. Această procedură impune ca informația adecvată să fie disponibilă pentru public pentru a putea fundamenta cerințele standardului. Dacă informațiile sunt limitate sau necunoscute, se acționează pentru completarea acestora sau documentele sunt blocate până se dezvoltă informații de bază necesare pentru standard [58].

După ce se ajunge la consens, președintele grupului de lucru poate recomanda votarea inițială la nivelul grupului de lucru, iar în etapele următoare,

subcomisiile și comisiile principale trebuie să asigure o evaluare a intereselor generale, ale utilizatorilor, clienților și segmentelor de producători membre. Pentru a preveni dominația oricărui grup de interese, este permis doar un singur vot pe grupul de interes. Dacă se aprobă modificările la nivel de subcomisie, documentele continuă revizuirea. Dacă se primește un vot negativ pe parcursul votării formale, grupul de lucru și președintele subcomisiei trebuie să rezolve problema prin satisfacerea celui în cauză cu justificări raționale. Această opinie trebuie acceptată de grupul de lucru și aprobată la nivelul subcomisiei și a comisiei principale printr-o înregistrare formală a votului pe baza unei documentații scrise și asociată discuției. Managerul principal lucrează cu comisia pentru a confirma validarea votului și a documentului de acțiune [83].

Conform experienței generale, această activitate necesită o perioadă de timp de 3 – 5 ani (6 – 10 întâlniri) între primul proiect și finalizarea unui prim standard complet acceptat la nivelul comisiei principale. Se impun, de asemenea, câteva etape procedurale, care includ aprobarea terminologiei și acceptarea de către subcomisia editorială. În etapa de acceptare în societate, documentul final este revizuit de *Comisia de standardizare (Committee on Standards)* înainte de a fi dat publicației [48], [83].

După aprobare, poate rămâne ca standard dat „activ ca publicație” 5 ani. După 5 ani standardul trebuie reafirmat sau revizuit prin punerea în acord cu informațiile disponibile la acel moment [83].

### 2.2.9 Reglementări privind standardizarea dispozitivelor medicale în România

În România, activitatea de standardizare, indiferent de domeniu, este reglementată printr-o serie de standarde cu simbolizare alfa-numerică SR 10000-1...10, care includ: terminologia, condițiile de funcționare a comitetelor tehnice, forma de prezentare a standardelor române, reguli de redactare, reguli de acceptare și reguli de publicare. Activitatea de standardizare este o problemă de stat și are ca scopuri principale protecția vieții și sănătății populației, protecția mediului înconjurător, înlăturarea barierelor tehnice în comerțul internațional.

*Standardizarea* se definește ca activitatea care stabilește, pentru probleme reale sau potențiale, dispoziții comune și repetate, în scopul optimizării rezolvării problemelor respective.

Standardele au efect de raționalizare a economiei, de promovare a comerțului internațional, de diferențiere a calității bunurilor și serviciilor, de protecție a consumatorilor.

*Standardul* este documentul aprobat de un organism recunoscut și care prevede pentru utilizări comune și repetate, reguli, prescripții și caracteristici referitoare la activități sau la rezultatele activităților, în scopul obținerii unui grad optim în direcția respectivă.

În țara noastră, în urma reorganizării activității de standardizare din ultimii ani, se utilizează următoarele categorii de standarde [199]:

- *Standarde române (SR)*, care se aplică la nivel național. Ele sunt obligatorii și se referă la protecția vieții, sănătății, la securitatea muncii, la protecția mediului înconjurător. Nerespectarea lor este considerată contravenție sau, de la caz la caz, infracțiune și se sancționează cu amenzi;
- *Standarde profesionale (SP)*, care se aplică în anumite domenii de activitate și se elaborează de organizații profesionale, legal constituite;
- *Standarde de firmă (SF)*.

Pentru standardele profesionale și standardele de firmă, caracterul de obligativitate se stabilește de organele sau organismele care le aprobă. Standardele profesionale și de firmă trebuie să respecte prevederile SR care sunt obligatorii, deci să nu contravină acestora.

La momentul actual, prin introducerea sistemelor de asigurare și de certificare a calității, este absolut necesar ca la o serie de produse, SR să se alinieze la standardele europene (EN) și la standardele ISO (Organizația Internațională de Standardizare). Aceasta cu atât mai mult cu cât, mondializarea pieței și condițiile dure de concurență ne obligă să avem produse cât mai bune calitativ și competitive pe plan mondial [209].

Determinarea caracteristicilor structurale ale materialelor destinate implantelor prin examinare metalografică, difracție de raze X, etc., pe baza standardelor adoptate pe plan național, european și internațional (EN, ISO) este un instrument recunoscut de părțile implicate în determinarea și asigurarea calității produselor, a dispozitivelor medicale [199], [209].

Politica standardizării în România urmărește armonizarea cu tendințele europene și internaționale. În acest context, lucrările de standardizare sunt orientate, cu prioritate, spre adoptarea în versiune română a standardelor europene și internaționale EN și ISO. Adoptarea altor standarde naționale (ASTM, AFNOR, DIN, BSI, etc.) se practică, pentru anumite situații particulare și nu reprezintă o politică generală în domeniul reglementării.

Pentru exemplificare, în domeniul medicinei, standardizarea implantelor chirurgicale, protezelor și ortezelor este clasificată conform sistemului internațional, cu codul 11.040.40.

În comitetele tehnice, procesul de elaborare a unui standard român, precum și efectuarea lucrărilor de standardizare din Europa și pe plan internațional, este descris în standardul SR 10000-3: 2004 [242].

În figura 2.2 se prezintă schema logică pentru elaborarea unui standard românesc.

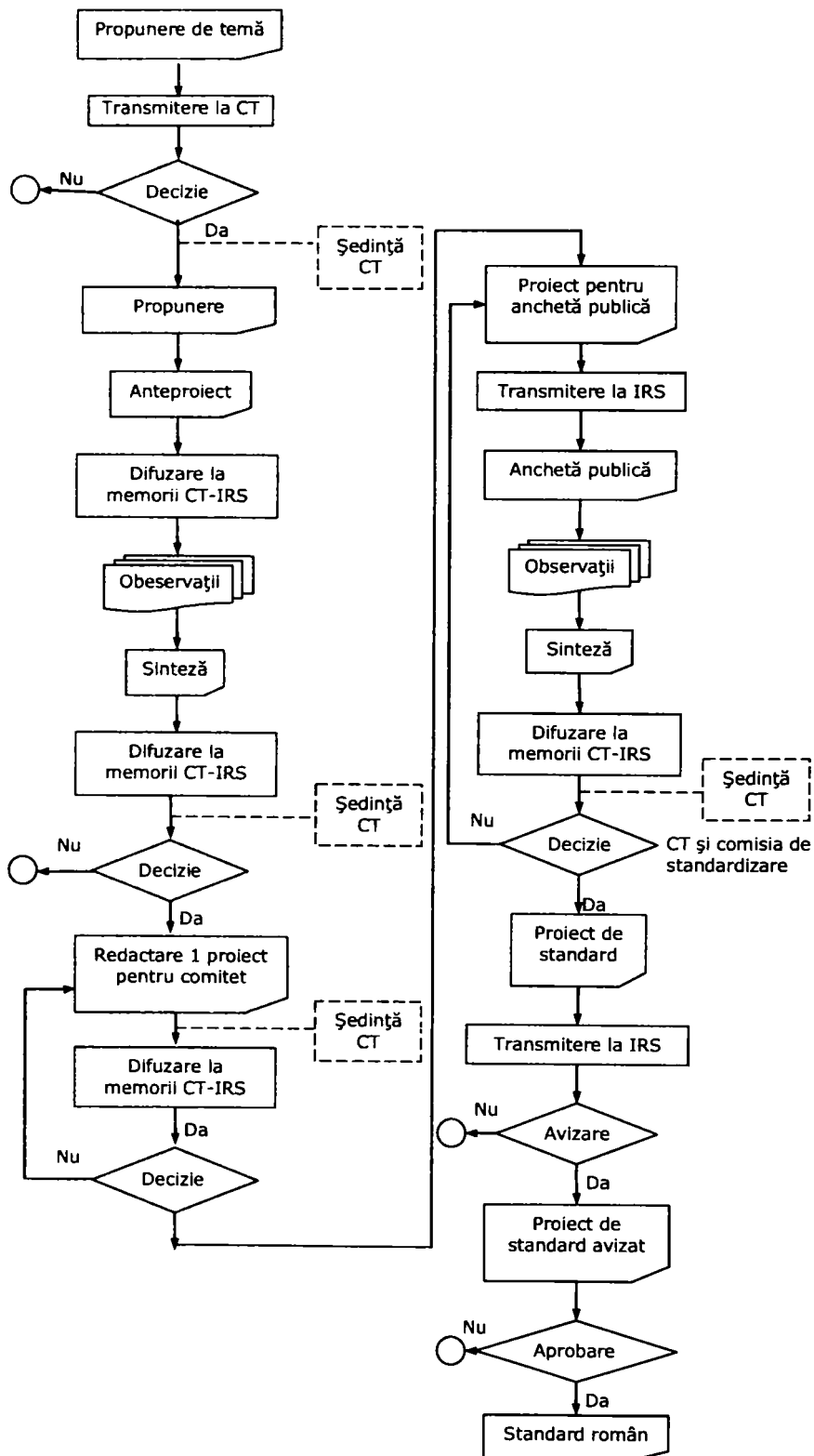


Figura 2.2 Schema logică pentru elaborarea unui standard, conform SR 10000-3: 2004

În cazul adoptării unor standarde europene și internaționale ca standarde române prin publicarea versiunii în limba română, se parcurge următoarea procedură, conform prevederilor din standardul SR 10000-9: 2000 [244]:

1. Comunicarea către secretariatul Comitetului tehnic (CT) de către *Asociația Română de Standardizare* (ASRO) a temelor privind adoptarea standardelor europene pentru care există asigurată finanțarea pentru publicarea versiunii române;
2. Convocarea ședinței CT;
3. Ședința CT pentru stabilirea elaboratorului versiunii române;
4. Încheierea contractelor între parteneri (ASRO – președinte – secretariat - laborator);
5. Transmiterea la elaborator și membrii comisiei Comitetul de lectură (CDL) a textului standardului european care se adoptă;
6. Realizarea versiunii române a standardului european;
7. Transmiterea textului versiunii române membrilor CDL (Președintele CT, secretarul CT) și reprezentantului ASRO;
8. Redactarea copertii, preambulului național, a anexelor naționale și a ultimei pagini a versiunii române;
9. Transmiterea textului copertii, preambulului național, anexelor naționale și a ultimei pagini la membrii CDL (președintele CT și secretarul CDL);
10. Transmiterea textului copertii, preambulului național, anexelor naționale și a ultimei pagini la membrii CDL (președintele CT și secretarul CDL);
11. Transmiterea textului copertii, preambulului național, anexelor naționale și a ultimei pagini la membrii CDL (președintele CT și secretarul CDL);
12. Verificarea variantei în limba română de către membrii CDL;
13. Redactarea textului definitiv al versiunii române;
14. Transmiterea textului definitiv al versiunii române membrilor CT;
15. Examinarea textului definitiv al versiunii române de către membrii CT;
16. Transmiterea observațiilor la secretariatul CT;
17. Convocarea CT;
18. Ședința CT;
19. Redactarea textului final al standardului;
20. Transmiterea la ASRO a dosarului standardului, inclusiv al textului final;
21. Verificarea textului final al versiunii române;
22. Aprobarea standardului;
23. Înregistrarea în baza de date.

Spre exemplu, standardul SR EN ISO 10991-1: 2004 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 1: Evaluare și testare*, face parte din domeniul 11 *Medicină*, Grupa ICS (International Classification for Standards) 11.100 *Medicină de laborator*. Indicele de clasificare CAN (Convertor Analogic Numeric) a acestui standard este E32 *Instrumente, aparate și utilaj mecanic de uz medical*. Starea acestui standardului este „Publicat”, iar metoda de adoptare este „T – Traducere”. Corespondentul internațional al standardului este EN ISO 10993-1: 2003 și înlocuiește standardul SR EN ISO 10993-1: 2003 [217].

Acest standard a parcurs toate etapele procedurii de adoptare a standardelor internaționale [211] și respectă prevederile standardului SR 10000-9: 2000 [244] și a standardelor internaționale în SR 10000-8: 2006 [243]. Procedura de adoptare se bazează pe regulile practicate de organisme europene de

standardizare CEN (Comitetul European de Standardizare) / CENELEC (Comitetul European de Standardizare pentru Electrotehnică), respectiv pe prevederile metodologice de adoptare a standardelor internaționale ca standarde europene cuprinse în Regulamentul Intern CEN/CENELEC Partea 2: *Reguli comune pentru lucrările de standardizare*, precum și pe Procedura de traducere stabilită prin *CEN System handbook* [211].

Standardele care au parcurs etapa de adoptare și de fază de proiect, sunt publicate în versiunea originală. Acestea nu mai au limite de valabilitate sau termene stricte de revizuire, în funcție de comitetele tehnice ale organizației internaționale sau europene care le-au dezvoltat. Astfel, există standarde care sunt valabile chiar și de acum 10 ani, ele nefiind încă supuse încă revizuirii în vederea elaborării unei versiuni noi. Există și standarde românești destul de vechi (anii 1980) care încă mai sunt valabile (spre exemplu, STAS 5949/2-1983 *Determinarea incluziunilor nemetalice din oțeluri. Metode automate*). De asemenea, există standarde în fază de proiect în comitetele tehnice ale organizațiilor internaționale sau europene, în special ISO și EN, simbolizate, spre exemplu ISO/DIS sau prEN, care au parcurs etapa de adoptare în România și sunt publicate, deocamdată, în versiunea originală.

## 2.3 Standarde românești și internaționale în domeniul implantării osoase

Standardele românești privind dispozitivele medicale se pot împărți în trei grupe mari:

- Standarde pentru materiale biocompatibile;
- Standarde pentru implante chirurgicale;
- Standarde pentru încercări specifice.

### 2.3.1 Standarde de materiale

#### **Standarde referitoare la materiale metalice**

În România este valabilă seria de standarde SR ISO 5832 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice*, (părțile 1-14 din anii 1996-2007) [217]:

- SR ISO 5832-1: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 1: Oțel inoxidabil deformabil*
- SR ISO 5832-2: 1996 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 2: Titan nealiat*, versiune nouă și neadoptată fiind *ISO 5832-2: 1999 Implants for surgery - Metallic materials - Part 2: Unalloyed titanium*
- SR ISO 5832-3: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 3: Aliaj deformabil titan – aluminiu 6 – vanadiu 4*
- SR ISO 5832-4: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 4: Aliaj de turnare cobalt – crom – molibden*
- SR ISO 5832-5: 1996 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 5: Aliaj deformabil cobalt – crom – wolfram – nichel*, ediția nouă fiind *ISO 5832-5: 2005 Implants for surgery - Metallic materials - Part 5: Wrought cobalt-chromium-tungsten-nickel alloy*
- SR ISO 5832-6: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 6: Aliaj deformabil cobalt – nichel – crom – molibden*



- SR ISO 5832-7: 1996 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 7: Aliaj forjabil deformat la rece cobalt – crom – nichel – molibden – fier*
- SR ISO 5832-8: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 8 Aliaj deformabil cobalt – nichel – crom – molibden – wolfram – fier*
- SR ISO 5832-9: 1996 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 9: Oțel inoxidabil deformabil cu conținut înalt de azot*
- SR ISO 5832-10: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 10: Aliaj deformabil titan – aluminiu 5 – fier 2,5*
- SR ISO 5832-11: 1996 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 11: Aliaj deformabil titan – aluminiu 6 – niobiu 7*
- SR ISO 5832-12: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 12: Aliaj deformabil cobalt – crom – molibden*, ediția nouă fiind ISO 5832-12: 2007 *Implants for surgery - Metallic materials - Part 12: Wrought cobalt-chromium-molybdenum alloy*

Seria de standarde SR ISO 5832 (părțile 1-14 din anii 1996-2007) cuprinde două mărci de oțeluri inoxidabile utilizate pentru implante chirurgicale, **SR ISO 5832-1: 1999 Oțel inoxidabil deformabil și respectiv SR ISO 5832-9: 1996 Oțel inoxidabil deformabil cu conținut înalt de azot.**

Oțelul inoxidabil deformabil (SR ISO 5832-1: 1999) este un oțel inoxidabil austenitic, iar oțelul inoxidabil deformabil cu conținut înalt de azot (SR ISO 5832-9: 1996) are un conținut de azot de 0,25% până la 0,5% fiind utilizat la fabricarea implantelor chirurgicale, care necesită rezistență mecanică și rezistență la coroziune ridicată.

Compozițiile chimice ale celor două mărci de oțel sunt cuprinse în tabelul 2.1.

**Tabelul 2.1** Compoziția chimică a oțelurilor inoxidabile deformabile, conform SR ISO 5832-1: 1999 și SR ISO 5832-9: 1996

Element	Limitele compoziției, %		
	Oțel inoxidabil deformabil		Oțel inoxidabil deformabil cu conținut înalt de azot
	Compoziția D	Compoziția E	
Carbon (max.)	0,030	0,030	0,08
Siliciu (max.)	1,0	1,0	0,75
Mangan	max. 2,0	2,0	2 ... 4,25
Fosfor (max.)	0,025	0,025	0,025
Sulf (max.)	0,10	0,010	0,01
Azot	max. 0,10	0,10 ... 0,20	0,25 ... 0,5
Crom	17,0 ... 19,0	17,0 ... 19,0	19,5 ... 22
Molibden	2,25 ... 3,5	2,35 ... 4,2	2 ... 3
Nichel	13,0 ... 15,0	14,0 ... 16,0	8 ... 11
Cupru (max.)	0,50	0,50	0,25
Fier	rest	rest	
Reziduuri			
fiecare			max. 0,1
total			max. 0,4

Conform acestor standarde, mărimea grăuntelui austenitic nu trebuie să fie inferioară indicelui 4, oțelul nu trebuie să conțină în structură ferită δ, iar conținutul de incluziuni nemetalice nu trebuie să depășească limitele specificate în tabelul 2.2 [277], [281].

Caracteristicile mecanice ale oțelurilor inoxidabile utilizate la confecționarea de implante chirurgicale trebuie să respecte condițiile din tabelele prezentate în

standard, pentru bare, sârme, table și benzi. Spre exemplu, caracteristicile mecanice ale barelor sunt prezentate în tabelul 2.3 [277], [281].

**Tabelul 2.2** Limitele conținutului de incluziuni nemetalice

Tip de incluziune	Număr de referință al conținutului de incluziuni			
	Oțel inoxidabil deformabil		Oțel inoxidabil deformabil cu conținut înalt de azot	
	serie fină	serie grosieră	serie fină	serie grosieră
A - Sulfuri	1,5	1	1,5	1,5
B - Aluminați	1,5	1	2	1,5
C - Silicați	1,5	1	2	1,5
D - Oxizi de tip globular	1,5	1	2,5	1,5

**Tabelul 2.3** Caracteristici mecanice ale barelor

Stare	Marca oțelului	Rezistența la tracțiune $R_{m}$ , MPa	Limita de elasticitate $R_{p0,2}$ , MPa	Alungirea la rupere $A_{mly}$ , %
Recopt	D	490...690	190	40
	E	590...800	285	40
	Cu N	740	430	35
Ecrusat	D și E	860...1100	690	12

**Standardul SR ISO 5832-2: 1996 Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 2: Titan nealiat și standardul SR ISO 5832-3: 1999 Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 3: Aliaj deformabil titan – aluminiu 6 – vanadiu 4** stabilesc caracteristicile și metodele de încercare corespunzătoare titanului nealiat utilizat pentru fabricarea implantelor chirurgicale, respectiv ale aliajului de titan Ti6Al4V.

Compoziția chimică determinată pe lingou specificată în standard este conform tabelului 2.4. Hidrogenul se determină după ultimul tratament termic și decapare.

Structura microscopică a titanului în stare recoaptă trebuie să fie uniformă cu mărimea de grăunte maxim 5 [278], iar cea a aliajului Ti6-Al4-V trebuie să fie globulară alfa + beta [279].

**Tabelul 2.4** Compoziția chimică a titanului nealiat și a aliajului Ti6Al4V, conform SR ISO 5832-2: 1996 și SR ISO 5832-3: 1999

Element	Conținut limită, %				
	Marca 1	Marca 2	Marca 3	Mărcile 4A și 4B	Ti6-Al4-V
Aluminiu	-	-	-	-	5,5 ... 6,75
Vanadiu	-	-	-	-	3,5 ... 4,5
Azot (max.)	0,03	0,03	0,05	0,05	max. 0,05
Carbon (max.)	0,1	0,1	0,1	0,1	max. 0,08
Hidrogen (max.)	0,0125 <sup>1)</sup>	0,0125 <sup>1)</sup>	0,0125 <sup>1)</sup>	0,0125 <sup>1)</sup>	max. 0,015 <sup>1)</sup>
Fier (max.)	0,15	0,2	0,25	0,3	max. 0,3
Oxygen (max.)	0,18	0,25	0,35	0,45	max. 0,2
Titan	rest	rest	rest	rest	rest

<sup>1)</sup> Cu excepția țagtelor pentru care conținutul maxim de hidrogen trebuie să fie de 0,01% masice Hidrogenul se determină după ultimul tratament termic și decapare

Caracteristicile mecanice ale titanului nealiat și ale aliajului Ti6Al4V utilizate la confecționarea de implante chirurgicale trebuie să respecte condițiile din tabellele prezentate în standarde (tabelul 2.5).

**Tabelul 2.5** Caracteristici mecanice, conform SR ISO 5832-2:1996 și SR ISO 5832-3: 1999

<b>Marca</b>	<b>Stare</b>	<b>Rezistența la tracțiune min., MPa</b>	<b>Limita convențională de elasticitate, MPa</b>	<b>Alungirea min., %</b>
Titan 1	Recopt	240	170	24
Titan 2	Recopt	345	230	20
Titan 3	Recopt	450	300	18
Titan 4A	Recopt	550	440	15
Titan 4B	Ecruisat	680	520	10
Ti6-Al4-V		860	780	8...10

La nivel internațional, pentru utilizarea aliajelor de titan se mai utilizează următoarele standarde neasimilate în România [216]:

ISO/DIS 5832-14: 2006 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 14: Aliaj deformabil titan – molibden 15 – zirconiu – 5 aluminiu 3 (sub dezvoltare)*

ISO 20160: 2006 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice: Clasificarea microstructurilor pentru aliajele de titan alpha+beta sub formă de bare*

**Standardul SR ISO 5832-4: 1999 Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 4: Aliaj de turnare cobalt – crom – molibden** stabilește caracteristicile și metodele de încercare corespunzătoare aliajului de turnare Co-Cr-Mo utilizat pentru fabricarea implantelor chirurgicale.

Compoziția chimică determinată pe o probă reprezentativă din aliaj din șarjă specificată în standard este conform tabelului 2.6.

**Tabelul 2.6** Compoziția chimică a aliajului Co-Cr-Mo, conform SR ISO 5832-4: 1999

<b>Element</b>	<b>Limitele compoziției, %</b>
Crom	26,5 ... 30,0
Molibden	4,5 ... 7,0
Nichel (max.)	1,0
Fier (max.)	1,0
Carbon (max.)	0,35
Magneziu (max.)	1,0
Siliciu (max.)	1,0
Cobalt	rest

Caracteristicile mecanice ale aliajului Co-Cr-Mo utilizat la confecționarea de implante chirurgicale trebuie să respecte condițiile din tabelul prezentat în standard (tabelul 2.7) [280].

**Tabelul 2.7** Caracteristici mecanice ale aliajelor Co-Cr-Mo

	<b>Rezistența la tracțiune <math>R_m</math> min., MPa</b>	<b>Limita de elasticitate <math>R_{p0,2}</math> min., MPa</b>	<b>Alungirea la rupere A min., %</b>
Aliaj de turnare Co-Cr-Mo	665	450	8

Utilizarea tantalului ca material biocompatibil este reglementată prin standardul internațional [216]:

ISO 13782: 2006 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice: Tantal nealiat pentru utilizare la implanturi chirurgicale*

**Standarde pentru materiale plastice**

În România nu sunt adoptate standarde referitoare la materialele plastice utilizate pentru implantate chirurgicale. Pe plan internațional sunt utilizate următoarele standarde [216]:

ISO 5833: 2002 *Implanturi chirurgicale - Ciment pe bază de rășină acrilică*

ISO 5834-1: 2005 *Implanturi chirurgicale - Polietilenă de ultraînaltă densitate - Partea 1: Formă de pulbere*

ISO 5834-2: 2006 *Implanturi chirurgicale - Polietilenă de ultraînaltă densitate - Partea 2: Formă turnată*

ISO 5834-3: 2005 *Implanturi chirurgicale - Polietilenă de ultraînaltă densitate - Partea 3: Metode de îmbătrânire accelerată*

ISO 5834-4: 2005 *Implanturi chirurgicale - Polietilenă de ultraînaltă densitate - Partea 4: Metode de măsurare a stării de oxidare*

ISO 5834-5: 2005 *Implanturi chirurgicale - Polietilenă de ultraînaltă densitate - Partea 5: Metodă de apreciere a morfologiei*

**Standarde de materiale ceramice**

Pe plan internațional sunt utilizate următoarele standarde referitoare la materialele ceramice utilizate pentru implantate chirurgicale, care în România nu sunt adoptate [216]:

ISO 6474: 2006 *Implanturi chirurgicale - Materiale ceramice pe bază de alumină de înaltă puritate*

ISO 13356: 2004 *Implanturi chirurgicale - Materiale ceramice pe bază de zirconia tetragonală stabilizată cu yttria (Y-TZP)*

ISO 13779-1: 2005 *Implanturi chirurgicale - Hidroxiapatită - Partea 1: Hidroxiapatită ceramică*

ISO 13779-2: 2005 *Implanturi chirurgicale - Hidroxiapatită - Partea 2: Acoperiri cu hidroxiapatită*

ISO/DIS 13779-3.2: 2007 *Implanturi chirurgicale - Hidroxiapatită - Partea 3: Analiza chimică și caracterizarea cristalinității și a purității (sub dezvoltare)*

ISO 13779-4: 2002 *Implanturi chirurgicale - Hidroxiapatită - Partea 4: Determinarea rezistenței la adeziune a stratului depus*

Dintre standardele americane referitoare la materialele folosite pentru implantate osoase fac parte următoarele norme ASTM [215]:

ASTM F75-07 *Standard Specification for Cobalt-28 Chromium-6 Molybdenum Alloy Castings and Casting Alloy for Surgical Implants (UNS R30075) [Aliaj turnat Cobalt-28 Crom-6 Molibden pentru implantate chirurgicale]*

ASTM F139-03 *Standard Specification for Wrought 18 Chromium-14 Nickel-2.5 Molybdenum Stainless Steel Sheet and Strip for Surgical Implants (UNS S31673) [Tablă și bandă din oțel inoxidabil 18 Crom-14 Nichel-2,5 Molibden pentru implantate chirurgicale]*

ASTM F451-99ae1 *Standard Specification for Acrylic Bone Cement [Cimenturi acrilice pentru os]*

ASTM F603-00 *Standard Specification for High-Purity Dense Aluminum Oxide for Surgical Implant Application [Oxid de aluminiu compact de înaltă puritate pentru aplicații ale implanturilor chirurgicale]*

### 2.3.2 Standarde pentru implante chirurgicale

Dintre standardele privind implantele chirurgicale neactive adoptate și armonizate în România se amintesc următoarele [217]:

SR EN ISO 14630: 2005 *Implanturi chirurgicale neactive. Cerințe generale*

SR EN ISO 14602: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Implanturi pentru osteosinteză. Cerințe particulare*

SR EN 12010: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulațiilor. Cerințe particulare*

SR EN 12563: 2000 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației. Cerințe specifice pentru protezele articulației de șold*

SR EN 12564: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației. Cerințe specifice pentru protezele articulației de genunchi*

Aceste standarde europene privind implantele chirurgicale neactive se împart pe trei niveluri și anume:

- nivel 1: Cerințe generale referitoare la implante chirurgicale neactive;
- nivel 2: Cerințe particulare referitoare la familii de implante chirurgicale neactive;
- nivel 3: Cerințe specifice referitoare la diferite tipuri de implante chirurgicale neactive.

*Standardele de nivel 1* conțin cerințe aplicabile la toate tipurile de implante chirurgicale neactive și indică faptul că sunt cuprinse cerințe suplimentare în standardele de nivel 2 și 3.

*Standardele de nivel 2* sunt aplicabile unui set mai restrictiv sau familii de implante, cum sunt cele utilizate la osteosinteză, chirurgia cardiovasculară sau proteze de articulații.

*Standardele de nivel 3* sunt aplicabile tipurilor specifice de implante, cum sunt cele de articulații de șold sau implantele mamare.

Standardul **SR EN ISO 14630: 2005 *Implanturi chirurgicale neactive – Cerințe generale*** prezintă cerințele impuse pentru:

- performanța propusă a implantelor chirurgicale neactive;
- caracteristici de concepție;
- materiale;
- evoluare a proiectului;
- producție;
- sterilizare;
- ambalare;
- informații furnizate de producător;
- încercări.

Standardul prescrie o metodă de demonstrare a conformității cu cerințele esențiale relevante din Directiva 93/42/CEE (Legea 176/ 2000) a dispozitivelor medicale aplicate implantelor chirurgicale neactive și este un standard de nivel 1.

Conform standardului SR EN ISO 14630: 2005 [273], pentru precizarea *performanței propuse* a unui implant, aceasta trebuie descrisă și documentată prin următoarele informații:

- caracteristici funcționale;
- aplicații tipice propuse;
- condiții de utilizare propuse;
- cu referire specială la securitate.

*Caracteristicile de concepție* se iau în considerare pentru a îndeplini performanța propusă a implantelor. Când una dintre aceste caracteristici nu se poate aplica, motivul trebuie documentat și justificat. Acestea sunt [273]:

- materialele și biocompatibilitatea lor;
- proprietățile fizice, mecanice și chimice ale materialelor, inclusiv proprietățile de durabilitate și îmbătrânire;
- caracteristicile de uzură ale materialelor și efectele uzurii și ale produselor uzurii asupra implantului și corpului;
- efectul proceselor de producție (inclusiv sterilizarea) asupra caracteristicilor materialului și asupra performanței;
- efectele posibile asupra implantului și asupra funcționării sale datorate interacțiunii dintre materialele sale constituente și alte materiale și substanțe;
- gradul și efectul pierderii și/sau difuzia de substanțe utilizate pentru a umple implantele;
- interconectările și efectele lor asupra performanței propuse;
- interfața dintre implant și țesutul corpului, în special relativ la fixare și conectare și la condițiile de suprafață;
- forma și dimensiunile, inclusiv efectele lor posibile asupra țesuturilor și fluidelor din corp;
- biocompatibilitatea implantului în stare implantabilă;
- efectele fizice și chimice ale corpului și ale mediului extern asupra implantului;
- efectele radiației și ale câmpurilor electromagnetice asupra implantului și efectele ulterioare ale acestora asupra corpului;
- posibilitatea de a implanta, de a îndepărta și de a înlocui implantul după implantare;
- nivelurile de contaminare microbiologică și cu particule;
- ambalarea corespunzătoare și eficiența ambalării.

Selecția *materialelor* destinate fabricării implantelor se face în funcție de proprietățile cerute pentru scopul propus, luând în considerare efectele de fabricație, manipulare, sterilizare și depozitare. Se iau în considerare și posibilele reacții ale implantelor cu țesuturile umane și fluidele din corp, cu alte materiale, implantate, substanțe, gaze, câmpuri de radiație, și electromagnetice.

Cerința de compatibilitate în stare implantabilă trebuie, de asemenea, îndeplinită de către toate materialele destinate implantelor și acoperirilor, inclusiv de către materiale biologice produse de ingineria genetică. Trebuie să fie acceptabilă și compatibilitatea produselor rezultate în urma uzurii și degradării materialelor. Gradul de acceptare într-o aplicație specială trebuie demonstrat prin [273]:

- evaluarea documentată, conform principiilor din EN ISO 10993-1: 2004 [254];
- selecția materialelor găsite corespunzătoare prin utilizare clinică în aplicații similare.

În ceea ce privește *evaluarea concepției*, implantele trebuie evaluate pentru a demonstra că performanța propusă este obținută. Securitatea se demonstrează prin evaluare preclinică și clinică, cu o analiză de risc corespunzătoare, conform SR EN ISO 14971: 2003 [274].

- a) Evaluarea preclinică a implantelor se face prin:
  - cunoașterea și analiza critică a literaturii științifice relevante;
  - analiza datelor obținute din testări.
- b) Evaluarea clinică a implantelor se face prin:

- cunoașterea și analiza critică a literaturii științifice relevante și a literaturii clinice acoperind utilizarea propusă a implantelor similare;
- analiza datelor obținute prin investigație clinică, conform cerințelor din SR EN ISO 14155-1: 2003 [217], [271].

Implantele trebuie *produse* astfel încât acestea să îndeplinească caracteristicile de concepție.

Ele pot fi furnizate fie în stare *sterilizată*, fie *nesterilizate*. Implantele care se furnizează în stare sterilizată și care sunt etichetate „STERIL” trebuie să respecte condițiile de sterilizare din standardul SR EN 556-1: 2003/AC: 2007 [252], procesele de sterilizare trebuie să fie validate și controlate periodic, acestea realizându-se prin respectarea condițiilor standardizate (SR EN 550: 1997 – sterilizare cu oxid de etilenă [249], SR EN 552: 2001 / A2: 2003 – sterilizare prin iradiere [250], SR EN 554: 2003 – sterilizare cu aburi [251]), în funcție de procesul de sterilizare utilizat.

Pentru implantele furnizate în stare nesterilă, producătorul trebuie să menționeze cel puțin o metodă de sterilizare, pentru a nu fi afectată securitatea funcțională a acestora.

Testarea reziduurilor rezultate în urma sterilizării trebuie să respecte principiile precizate în standardul SR EN ISO 10993-1: 2004 [254] și trebuie să se încadreze în anumite limite.

*Ambalarea* implantelor trebuie realizată astfel încât implantul să fie protejat împotriva defectării și deteriorării în timpul depozitării, transportului și manipulării specificate de către producător și să nu afecteze advers implantul. Dacă implantele sunt sterilizate, acestea trebuie ambalate astfel încât să rămână sterile și în condiții normale de depozitare, transport și manipulare.

*Informațiile furnizate de producător* sunt:

- metoda sau metodele de sterilizare a implantelor;
- restricțiile de utilizare în combinație cu alte implantate sau dispozitive;
- marcarea implantului dacă aceasta nu afectează performanța propusă cu numele sau marca producătorului și codul lotului sau numărul seriei.

Standardul **SR EN ISO 14602: 2001 Implanturi chirurgicale neactive. Implanturi pentru osteosinteză. Cerințe particulare** este un standard de nivel 2 și se aplică împreună cu standardul SR EN ISO 14630: 2005 [273], stabilind cerințele particulare ale implantelor pentru osteosinteză și anume: performanța propusă, caracteristicile de proiectare, materialele, evaluarea proiectării, producția, sterilizarea, ambalarea și informațiile furnizate de producător privind implantele chirurgicale neactive.

Conform acestui standard, prin *implant chirurgical neactiv pentru osteosinteză* se înțelege dispozitivul implantabil neactiv, destinat a avea rol de suport al structurii osoase, cartilaginoase, tendinoase sau ligamentoase. Aceste implantate se utilizează în tratamentul traumatologic sau chirurgia corectivă, cu scopul de a menține reducerea oaselor fracturate și stabilizarea structurii osoase, pentru a permite vindecarea sau sudarea osului și/sau pentru a asigura suportul sau corecția. După atingerea scopului, implantele pot fi extrase sau lăsate *in situ*.

Pe lângă *performanța propusă* conform standardului SR EN ISO 14630: 2005 [273], implantele chirurgicale neactive pentru osteosinteză, trebuie să îndeplinească următoarele cerințe, conform standardului SR EN ISO 14602: 2001 [272]:

- a) Caracteristici funcționale:
  - tip de fixare pe os, structură cartilaginoasă, tendinoasă, ligamentoasă;

- mijloace de atașare sau de ancorare în os;
  - legătură între componente ale implantului și os sau alte structuri;
  - utilizarea procedurilor de revizuire;
  - posibilitate de a fi extras;
  - acțiuni asupra osului și structurilor adiacente, de exemplu: stabilizare; restricție sau control al mișcării; suport pentru reducerea fracturilor și dislocărilor osului și ale altor structuri; corecție sau control al aliniamentului; transport al fragmentelor; control al compresiei sau distracției; așezare sigură față de structurile adiacente.
- b) Aplicații clinice tipice:
- tratament al fracturii;
  - tratament al tumorii;
  - stabilizarea osteotomiei;
  - stabilizarea artrozelor;
  - lungire, scurtare sau deplasare a osului;
  - suport pentru înlocuirea osului (locuri pentru grefe osoase);
  - adjuvant pentru înlocuirea articulației;
  - tratament al scoliozei;
  - stabilizare spinală;
  - tratament ale bolilor degenerative;
  - reconstrucție a tendonului;
  - reconstrucție a ligamentului.
- c) Condiții de utilizare și anume variabilele fiziologice sau anatomice care pot influența performanța propusă a implantului:
- configurația corpului (mărime, greutate);
  - vârsta pacientului;
  - condiții patologice;
  - vitalitatea țesutului;
  - starea țesutului înconjurător;
  - condiții de încărcare;
  - metode de implantare;
  - interacțiuni și combinare cu alte dispozitive de fixare;
  - nivel de activitate al pacientului.

Pe lângă *caracteristicile de proiectare* specificate în SR EN ISO 14630: 2005 [273], cele particulare pentru implantele chirurgicale neactive pentru osteosinteză sunt [272]:

- forma, dimensiunile și toleranțele implantelor nu trebuie să afecteze performanțele și utilizarea propusă atunci când sunt proiectate ca parte a unui sistem de interconectare;
- dimensiunile implantelor trebuie să corespundă caracteristicilor anatomice ale pacienților care le vor utiliza.

*Materialele* utilizate la confecționarea implantelor chirurgicale neactive pentru osteosinteză trebuie să respecte specificațiile din standardul SR EN ISO 14630: 2005 [273].

*Evaluarea proiectării* se face preclinic și clinic. Pe lângă specificațiile generale menționate în standardul SR EN ISO 14630: 2005 [273], la evaluarea preclinică testele de manipulare *in vitro* se realizează pentru verificarea interacțiunii dintre implant și instrumentar și între implantele interconectabile. Trebuie realizate încercări la încărcare statică și/sau dinamică relevante pentru evaluarea implantelor sau orice încercări standardizate disponibile.



În ceea ce privește *producerea, sterilizarea și ambalarea* implantelor, se respectă cerințele specificate în standardul SR EN ISO 14630: 2005 [273].

Pe lângă *informațiile furnizate de producător* specificate în standardul EN ISO 14630: 2005 [273] și marcarea pe implantate, se aplică și următoarele cerințe:

- informații despre extragerea implantului;
- restricții privind modificările implantelor după livrare (mărime, formă, starea suprafeței);
- marcarea pe implant trebuie realizată și amplasată astfel încât să nu afecteze performanța propusă a implantului.

Un alt standard de nivel 2 și care stă la baza unor standarde de nivel 3 este **SR EN 12010: 2001 Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulațiilor. Cerințe particulare**, care împreună cu standardul de nivel 1 SR EN ISO 14630: 2005 [273] stabilește o metodă pentru demonstrarea conformității cu cerințele esențiale relevante specificate în Directiva 93/42/CEE (Legea 176/2000) privind dispozitivele medicale în ceea ce privește cerințele particulare referitoare la protezele pentru articulații, ligamente și componente pentru implantate, cum sunt cimenturi pentru os, șuruburi, sârme, tije, pene de compensare, etc., și implantate utilizate la înlocuirea suprafețelor articulare.

Conform standardului SR EN 12010: 2001 [246], *proteza a articulației* înseamnă un dispozitiv implantabil, care cuprinde materiale și componente auxiliare, destinat să asigure aceeași funcție ca a unei articulații naturale și care este fixat pe oasele corespondente. *Ligamentul artificial* este un dispozitiv realizat din componentele necesare fixării sale, destinat să fie suport de întărire sau să înlocuiască ligamentul natural.

Pe lângă *performanțele propuse* în standardul SR EN ISO 14630: 2005 [273], se mai adaugă următoarele [246]:

- mișcările unghiulare relative minime și maxime prevăzute între părțile scheletului la care este fixată proteza pentru articulație;
- acțiunile de încărcare maxime prevăzute (forțe și momente) să fie transmise părților osoase la care este fixată proteza pentru articulație;
- răspunsul dinamic al corpului la forma/ rigiditatea implantelor;
- uzura presupusă a ligamentelor sau a suprafețelor articulare;
- adaptarea dimensiunilor și formei implantului populației căreia îi este destinat;
- rezistența de aderare și durabilitatea acoperirilor și tratamentelor de suprafață.

În ceea ce privește cerințele de *proiectare*, acestea trebuie să le respecte pe cele din standardul SR EN ISO 14630: 2005 [273], adăugându-se următoarele cerințe noi [246]:

a) Cerințe generale:

- rezistența de aderare și durabilitatea acoperirilor și tratamentelor de suprafață;
- uzura suprafețelor articulare și a altor suprafețe;
- stabilitatea implantului și posibilitatea de a efectua mișcările relative minime și maxime prescrise între diferite părți ale scheletului;
- prevenirea fenomenelor care antrenează tăierea sau frecarea țesuturilor în timpul funcționării, în afară de așezare și retragere;
- rezistența la fluaș și rezistența la rupere, în ceea ce privește ligamentele.

- b) Starea suprafețelor implantelor metalice ale protezelor totale sau ceramice, care se articulează cu PE: acestea trebuie să aibă o rugozitate a suprafeței de maxim 0,1  $\mu\text{m}$ .
- c) Starea suprafeței implantelor parțiale metalice sau ceramice: rugozitatea acestor suprafețe trebuie să fie de maxim 0,5  $\mu\text{m}$ .
- d) Suprafețe convexe ale implantelor metalice sau ceramice ale protezelor totale pentru articulații, care se articulează cu PE: trebuie să aibă rugozitatea suprafeței de maxim 0,5  $\mu\text{m}$  și o abatere de la sfericitate în direcția radială de maxim 10  $\mu\text{m}$ .
- e) Suprafețe sferice ale implantelor parțiale metalice sau ceramice ale protezelor parțiale pentru articulații: trebuie să aibă rugozitatea suprafeței de maxim 0,5  $\mu\text{m}$  și o abatere de la sfericitate în direcția radială de maxim 100  $\mu\text{m}$ .
- f) Suprafețe concave ale componentelor de PE ale protezelor totale pentru articulații: trebuie să aibă rugozitatea suprafeței de maxim 2  $\mu\text{m}$  și o abatere de la sfericitate în direcția radială de maxim 200  $\mu\text{m}$ .

*Materialele* utilizate la confecționarea protezelor pentru articulații trebuie să respecte specificațiile din standardul SR EN ISO 14630: 2005 [273]. Dacă se utilizează materiale metalice în stări metalurgice diferite în contact în exteriorul articulației, combinațiile utilizate nu trebuie să aibă efecte galvanice neadmise.

*Evaluarea proiectării* se face preclinic și clinic (determinată de caracterul de noutate a proiectului și a materialelor utilizate). Protezele pentru articulații trebuie să demonstreze, în urma evaluării, că performanțele propuse sunt îndeplinite, conform SR EN ISO 14630: 2005 [273].

Evaluarea preclinică trebuie să respecte următoarele cerințe:

- sarcinile mecanice și mișcările legate de acestea, la care pot fi supuse implantele în funcțiune;
- încercările la oboseală ale părților solicitate puternic;
- încercările la uzură ale suprafețelor articulare portante și ale ligamentelor;
- adaptarea dimensiunilor și formei implantului în raport cu populația vizată.

Măsurarea rugozității suprafeței și a sfericității trebuie să se facă în conformitate cu specificațiile menționate în standardul ISO 7206-2: 2006 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 2: Articulating surfaces made of metallic, ceramic and plastics materials*.

*Producția și controlul*, trebuie să respecte, pe lângă cerințele specificate în standardul SR EN ISO 14630: 2005 [273], și cerințe legate de [246]:

- Suprafețele metalice, care nu trebuie să prezinte imperfecțiuni susceptibile (așchii, creștături, zgărieturi, urme de scule, fisuri, bavuri, etc.), care să împiedice funcționarea implantului și să nu prezinte urme de material de finisaj încastrate sau depuse sau alți contaminanți;
- Suprafețele de materiale plastice nu trebuie să fie contaminate cu particule;
- Suprafețele ceramice nu trebuie să prezinte urme de contaminare cu particule care să împiedice funcționarea implantului.

Pe lângă cerințele de *sterilizare* prezentate în SR EN ISO 14630: 2005 [273], implantele care conțin PE sterilizate prin expunere la radiații ionizante nu se utilizează la aplicații clinice dacă au o doză cumulată de radiații mai mare de 40 kGy.

*Ambalarea* trebuie să respecte cerințele specificate în SR EN ISO 14630: 2005 [273].

Informațiile furnizate de producător trebuie să respecte cerințele specificate în SR EN ISO 14630: 2005 [273] împreună cu următoarele:

- Etichetarea implantelor destinate a fi utilizate pe o singură parte a corpului trebuie să cuprindă indicația „STÂNGA” sau „DREAPTA”, în funcție de partea pe care se utilizează.
- Instrucțiunile referitoare la orientarea implantului sunt cuprinse în manualul de utilizare și/sau prospect și indică orientarea implantului în raport cu partea corpului unde este aplicat.
- Trebuie aplicat marcajul care indică orientarea implantului „ÎNAINTE” sau „ÎNAPOI” pentru a interpreta instrucțiunile precizate în manualul de utilizare și/sau prospect.
- Amplasarea marcajului pe implant se face astfel încât să nu afecteze funcționarea acestuia.
- Restricțiile de utilizare se indică în manualul de utilizare și/sau prospect atunci când implantul este destinat unei anumite populații.

Standardul **SR EN 12563: 2000 Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației. Cerințe specifice pentru protezele articulației de șold** este un standard de nivel 3 și stabilește, pe lângă cerințele menționate în SR EN ISO 14630: 2005 [273] și SR EN 12010: 2001 [246], o metodă de demonstrare a conformității cu cerințele esențiale relevante din Directiva Consiliului 93/42/CEE din 1993 privind dispozitivele medicale și se aplică protezelor articulației de șold.

Definițiile specifice articulației de șold, conform standardului SR EN 12563: 2000 [248] sunt:

- *Proteză a articulației de șold* (artroplastie de șold): implant utilizat pentru a înlocui una sau amândouă suprafețele de contact ale articulației de șold;
- *Proteză totală a articulației de șold* (artroplastie totală de șold): implant care cuprinde o componentă femurală și o componentă acetabulară, fie monobloc, fie modulară, destinate să înlocuiască ambele suprafețe de contact ale articulațiilor de șold;
- *Proteză parțială a articulației de șold* (hemiartroplastie totală de șold): implant care cuprinde o componentă femurală, fie monobloc, fie modulară, destinate să înlocuiască suprafața femurală de contact a articulației de șold;
- *Cap bipolar*: componentă a unei proteze de articulație de șold cu o suprafață (interioară) concavă, destinată să se articuleze cu capul sferic al componentei femurale și cu o suprafață sferică (exterioară) convexă, destinată să se articuleze cu acetabulumul biologic;
- *Cap unipolar*: cap al unei componente femurale, destinată să se articuleze cu acetabulumul biologic;
- *Componentă femurală*: parte a unei proteze parțiale sau totale a articulației de șold, destinată să fie atașată femurului;
- *Componentă modulară*: componentă femurală sau acetabulară care este asamblată de utilizator, pornind de la un număr de subcomponente;
- *Componentă monobloc*: componentă femurală sau acetabulară care este furnizată ca o singură unitate;
- *Componentă acetabulară*: implant cu o construcție monobloc sau modulară, destinată să fie fixată în acetabulumul biologic pregătit.

*Performanța propusă* trebuie să respecte cerințele specificate în SR EN 12010: 2001 [246]. Pe lângă acestea, domeniul unghiular de mișcare dintre componentele femurale și acetabulare trebuie să fie de cel puțin 80° în flexie/extensie, minim 60° în abducție/ aducție și minim 90° în rotația internă/ externă.

Pe lângă *caracteristicile de proiectare* specificate în standardul SR EN 12010: 2001, protezele articulației de șold trebuie să respecte și următoarele cerințe [248]:

- Radioopacitatea componentelor acetabulare produse exclusiv din materiale radiotransparente trebuie să respecte cerințele din standardul sub dezvoltare ISO/DIS 7206-1: 2007 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 1: Classification and designation of dimensions*;
- Toleranțele și dimensiunile trebuie să respecte condițiile pentru:
  - o Toleranțe și dimensiuni pentru asamblările conice;
  - o Toleranțe pentru diametrele suprafețelor articulare ale componentelor femurale metalice sau ceramice utilizate cu componente acetabulare din UHMWPE trebuie să respecte cerințele din ISO 7602-2: 2006 [237];
  - o Cerințe pentru suprafețe articulare metal pe metal și ceramică pe ceramică;
- Grosimea pentru UHMWPE în componentele acetabulare și capete bipolare:
  - o Pentru componente acetabulare cu diametrul exterior de 42 mm sau mai mare, componenta UHMWPE trebuie să aibă grosime minimă de 5 mm pentru componentele cu întăritură metalică sau de alt tip și 6 mm pentru componentele fără întăritură;
  - o Pentru capetele bipolare cu diametrul exterior de 44 mm sau mai mare, grosimea minimă a căptușelii de UHMWPE trebuie să fie de 5 mm.

Pe lângă respectarea cerințelor de *materiale* specificate în SR EN 12010: 2001 [246], titanul nealiat și aliajele de titan nu trebuie folosite ca suprafețe de contact ale protezelor totale sau parțiale de șold, decât dacă li s-a aplicat un tratament de suprafață corespunzător și s-a demonstrat a fi potrivite pentru utilizare clinică.

Pe lângă cerințele de *evaluarea proiectării* specificate în SR EN 12010: 2001 trebuie să se respecte și următoarele cerințe în ceea ce privește evaluarea preclinică [248]:

- Încercarea la duranță a componentelor femurale trebuie realizată conform standardului sub dezvoltare ISO/DIS 7206-4: 2007 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 4: Determination of endurance properties and performance of stemmed femoral components* [216], iar cerințele de performanță trebuie să fie conform standardului sub dezvoltare ISO/DIS 7206-8: 2007 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 8: Methods of determining endurance performance of stemmed femoral components*;
- Proprietățile de duranță ale capului și gâtului tijelor femurale trebuie să respecte cerințele din ISO 7206-6: 2005 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 6: Determination of endurance properties of head and neck region of stemmed femoral components*;
- Rezistența la torsiune a capetelor modulare ale componentelor femurale trebuie determinată conform ISO 7206-9: 2000 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 9: Determination of resistance to torque of head fixation of stemmed femoral components*;
- Încercarea la uzură a protezelor totale ale articulației de șold se realizează conform unei proceduri verificate, validate și documentate;
- Unghiurile maxime și minime prevăzute între părțile scheletului se determină conform Anexei A din SR EN 12563: 2000 [248];

- Pentru desemnarea dimensiunilor se aplică cerințele din ISO/DIS 7206-1: 2007 [238].

Împreună cu cerințele de *producție* din SR EN 12010: 2001 [246], implantele din aliaj CO-Cr turnat trebuie supuse tratamentului termic de călire de punere în soluție, dacă este cazul.

*Sterilizarea și ambalarea* trebuie să respecte cerințele specificate în SR EN 12010: 2001 [246].

*Informațiile furnizate de producător* trebuie să respecte, pe lângă cerințele prevăzute în SR EN 12010: 2001 și următoarele [248]:

- În ceea ce privește dimensiunile, trebuie înregistrate pe etichetă, prospect sau în manualul de instrucțiuni următoarele informații:
  - o tipul produsului;
  - o diametrul nominal al capului pentru componenta femurală monobloc a articulației de șold sau pentru un cap femural modular;
  - o diametrul nominal al suprafeței de contact al unei componente acetabulare;
  - o simboluri care să definească diametrul conului și diametrul de alezaj și unghiul pentru un implant modular;
- Compatibilitatea structurală și funcțională a componentelor – se precizează componentele în contact care cu care sunt compatibile;
- Trebuie marcate următoarele informații:
  - o diametrul nominal al capului femural pe o componentă femurală monobloc;
  - o diametrul nominal exterior și caracteristicile asamblării conice pe un cap femural modular;
  - o indicarea pe suprafața plană a capătului proximal a categoriei asamblării pentru tija unei componente femurale modulare a unei proteze de articulație de șold cu un asamblu conic tată – mamă;
  - o indicarea diametrului nominal al suprafeței de contact pe componenta acetabulară;
- Informațiile furnizate pacientului trebuie să aibă o precizare de tipul: „Pacienții care primesc proteze pentru articulația de șold trebuie avertizați că longevitatea implantului poate depinde de greutatea lor și de nivelul de activitate”.

Un standard conex pentru protezele parțiale și totale ale articulației de șold este seria de standarde **ISO 7206** care cuprinde mai multe părți, unele anulate, prezentate sub titlul general **Implanturi chirurgicale – Proteze parțiale și totale ale articulației de șold**:

- ISO/DIS 7206-1: 2007 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 1: Classification and designation of dimensions [Implanturi chirurgicale – Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 1: Clasificare și desemnare a dimensiunilor] (sub dezvoltare)*;
- ISO 7206-2: 2006 *Implanturi chirurgicale – Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 2: Suprafețe articulare fabricate din materiale metalice, ceramice și plastice*;
- ISO 7206-3: 1998 *Implanturi chirurgicale – Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 3: Determinarea proprietăților de durabilitate a componentelor femurale cu tijă, fără solicitare la torsiune*;
- ISO/DIS 7206-4: 2007 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 4: Determination of endurance properties and*

- performance of stemmed femoral components [Implanturi chirurgicale - Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 4: Determinarea proprietăților de duranță a componentelor femurale cu tijă, cu solicitare la torsiune]* (sub dezvoltare);
- ISO 7206-5: 1992 *Implanturi chirurgicale - Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 5: Determinarea proprietăților de duranță a componentelor femurale cu tijă, cu solicitare la torsiune;*
  - ISO 7206-6: 1992 *Implanturi chirurgicale - Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 6: Determinarea proprietăților de duranță ale regiunii capului și gâtului a componentelor femurale cu tijă;*
  - ISO 7206-7: 1993 *Implanturi chirurgicale - Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 7: Performanța de duranță a componentelor femurale cu tijă, fără solicitare la torsiune;*
  - ISO/DIS 7206-8: 2007 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 8: Methods of determining endurance performance of stemmed femoral components [Implanturi chirurgicale - Proteze parțiale și totale ale articulației de șold. Partea 8: Performanța de duranță a componentelor femurale cu tijă, cu solicitare la torsiune]* (sub dezvoltare);
  - ISO 7206-9: 2000 *Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 9: Determination of resistance to torque of head fixation of stemmed femoral components;*
  - ISO 7206-10: 2003 *Implants for surgery - Partial and total hip-joint prostheses - Part 10: Determination of resistance to static load of modular femoral heads.*

Un alt standard conex pentru protezele articulației de șold este seria de standarde **ISO 7207** care cuprinde mai multe părți prezentate sub titlul general **Implanturi chirurgicale - Elemente femurale și tibiale ale protezelor parțiale și totale ale articulației de genunchi.**

Pentru protezele articulației de genunchi este valabil un alt standard de nivel 3, **SR EN 12564: 2001 Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației - Cerințe specifice pentru protezele articulației de genunchi**, omolog standardului pentru proteze de șold SR EN 12563: 2000.

Cerințele pentru instrumentarul chirurgical asociat implantelor chirurgicale neactive este **SR EN 12011: 2000 Instrumentar utilizat în asociere cu implanturi chirurgicale neactive. Cerințe generale** și stabilește o metodă de demonstrare a conformității cu cerințele esențiale relevante din Directiva Consiliului 93/42/CEE din 1993 privind dispozitivele medicale și se aplică instrumentarului nou și celui recondiționat, care trebuie utilizat împreună cu implantele chirurgicale neactive.

Conform standardului SR EN 12011: 2000 [247], prin *instrument asociat (instrument)* se înțelege dispozitivul medical neactiv, destinat a fi utilizat în timpul procedurilor chirurgicale, asociat cu un anumit implant chirurgical neactiv, iar prin *instrument nelivrat* se înțelege instrumentul sau setul de instrumente care au fost returnate la producător și care au fost recondiționate.

*Performanța propusă* a instrumentarului chirurgical trebuie descrisă și documentată prin precizarea caracteristicilor funcționale și a condițiilor de utilizare propuse.

*Caracteristicile de proiectare* ale instrumentarului chirurgical trebuie să respecte cel puțin următoarele cerințe [247]:

- proprietățile fizice, mecanice și chimice ale materialelor instrumentelor;
- nivelurile de contaminare microbiologică și cu particule;
- ușurința utilizării, curățării și întreținerii;
- deteriorarea posibilă a caracteristicilor materialului datorită sterilizării și depozitării;
- efectele contactului dintre instrument și corpul uman, dintre implant și alte instrumente;
- forma și dimensiunile, inclusiv efectele lor posibile asupra corpului;
- caracteristicile de uzură ale materialului și efectele uzurii și ale produselor de degradare asupra instrumentului și corpului;
- piese de inserare, extragere și interconectare;
- valoarea pierderii de fluid și /sau difuziei de substanțe în sau în afara instrumentelor;
- exactitatea și stabilitatea instrumentelor în funcție de măsurare;
- caracteristica instrumentului sau a unei părți a instrumentului de a fi localizat cu ajutorul unui dispozitiv de vizualizare extern.

*Materialele* utilizate pentru producerea instrumentarului chirurgical trebuie alese în funcție de proprietățile cerute și scopul propus, luând în considerare efectele fabricării, manipulării, sterilizării și depozitării [247].

*Evaluarea proiectării* instrumentelor trebuie realizată preclinic și clinic împreună cu implantul pentru care au fost proiectate, pentru a demonstra realizarea performanței propuse.

*Producerea* instrumentelor trebuie realizată conform caracteristicilor de proiectate specificate.

*Sterilizarea* se realizează în funcție de metoda de sterilizare aplicată conform standardelor: SR EN 550:1997 [249], SR EN 552: 2001/ A2: 2003 [250], SR EN 554: 2003 [251], iar pentru cele livrate în stare nesterilă, trebuie precizată cel puțin o metodă de sterilizare de către producător.

*Ambalarea* trebuie realizată atât pentru produsele sterile, cât și pentru cele nesterile, astfel încât, acestea să nu se deterioreze în condiții de depozitare, manipulare și transport (conform SR EN 868-1: 2003 [253]).

*Informațiile furnizate de producător* trebuie să respecte cerințele standardului SR EN 1041: 2003 *Informații furnizate de producători împreună cu dispozitivele medicale* și să cuprindă toate informațiile specifice instrumentarului respectiv.

### **2.3.3 Standarde pentru încercări specifice**

În cazul general, un standard de metodă de încercare descrie epruvetele care se folosesc, condițiile în care acestea vor fi încercate, câte epruvete se vor încerca, ce se va controla și cum vor fi analizate datele.

Metodele de încercare sunt validate prin comparații interlaboratoare, ceea ce înseamnă că anumite laboratoare vor realiza metoda, iar rezultatele lor vor fi analizate pentru a determina gradul de precizie și acuratețe. Odată ce o metodă de încercare a fost standardizată, poate fi folosită și în alte laboratoare; detaliile sunt suficiente pentru a se asigura faptul că, cu facilități diferite, se vor obține rezultate similare pentru aceleași tipuri de epruvete. Afirmatia „introdusă în conformitate cu...” asigură faptul că rezultatele sunt reproductibile [44], [45].

Metodele de încercare standard permit ca rezultatele să fie reproduse sau verificate de alți cercetători. În domeniul biomaterialelor, standardele pot fi utilizate la încercări fizice, chimice, mecanice, electrice și biologice ale materialelor. Prin utilizarea materialelor conform standardelor, un producător poate spune utilizatorului ce conține materialul și ce așteptări poate avea de la acesta prin prezentarea proprietăților [44].

Câteva exemple de standarde de încercare care se utilizează pentru caracterizarea materialelor utilizate pentru implantele osoase sunt:

*A. Standarde de încercare mecanică:*

ASTM D638-03 *Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics [Metode de încercare pentru proprietățile de tracțiune ale plasticelor]*

ASTM D695-02a *Standard Test Method for Compressive Properties of Rigid Plastics [Metode de încercare pentru proprietățile la compresiune ale plasticelor rigide]*

SR EN 10002-1: 2002 *Materiale metalice. Încercarea la tracțiune. Partea 1: Metoda de încercare la temperatura ambiantă*

ISO 7438: 2005 *Metallic materials - Bend test [Materiale metalice. Încercarea la îndoire]*

*B. Metode metalografice:*

ASTM E3-01 *Standard Practice for Preparation of Metallographic Specimens [Pregătirea probelor metalografice]*

ASTM E7-03 *Standard Terminology Relating to Metallography [Terminologie referitoare la metalografie]*

ASTM E45-05e1 *Standard Test Methods for Determining the Inclusion Content of Steel [Determinarea conținutului de incluziuni al oțelurilor]*

STAS 5949/2-1983 *Determinarea incluziunilor nemetalice din oțeluri. Metode automate*

ASTM E112-96(2004)e2 *Standard Test Methods for Determining Average Grain Size [Determinarea mărimii medii a grăuntelui]*

SR EN ISO 643: 2003 *Oțeluri. Determinarea micrografică a mărimii grăuntelui aparent*

SR 10013: 1995 *Metale si aliaje neferoase exceptând cuprul si aliajele de cupru. Determinarea marimii medii a grăuntelui*

*C. Încercarea la coroziune:*

ASTM G3-89(2004) *Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing [Convenții aplicabile la măsurătorilor electrochimice la încercarea la coroziune]*

ASTM F746-04 *Standard Test Method for Pitting or Crevice Corrosion of Metallic Surgical Implant Materials [Coroziunea în puncte și de cavitație a aliajelor chirurgicale]*

ASTM F897-02 *Standard Test Method for Measuring Fretting Corrosion of Osteosynthesis Plates and Screws [Coroziunea prin frecare a plăcuțelor și șuruburilor pentru osteosinteză]*

ASTM F1875-98 (2004) *Standard Practice for Fretting Corrosion Testing of Modular Implant Interfaces: Hip Femoral Head-bore and Cone Taper Interface [Procedeu de încercare la coroziune prin frecare a interfețelor implantului modular: interfața cap femural – alezaj și vârf conic]*

ASTM F2129-06 *Standard Test Method for Conducting Cyclic Potentiodynamic Polarization Measurements to Determine the Corrosion Susceptibility of Small*



*Implant Devices [Măsurători de polarizare potențiodinamică ciclică pentru determinarea susceptibilității la coroziune a implantelor mici]*

Toate standardele de metode de încercare citate se folosesc pentru a se asigura că o epruvetă semnificativă respectă cerințele standardului de material. Alte standarde de încercări se prezintă în Anexa 4.

Pentru materialele din care se confecționează implantele sunt impuse, în plus, cerințe prin care biomaterialele trebuie să îndeplinească criteriile încercării de biocompatibilitate generală. În standardele de materiale ale *Societății americane pentru încercări și materiale (American Society for Testing and Materials – ASTM)* sunt prezentate două metode de încercare pentru testul de biocompatibilitate, în funcție de nivelul volumului de date de care se dispune în legătură cu materialul analizat [45]:

- O primă metodă se referă la materialele care sunt deja caracterizate prin încercări chimice, mecanice și fizice și au demonstrat un răspuns de caracterizare bună în mediul biologic, referințele la datele de încercare în mediul biologic publicate și experimentele clinice sunt adesea suficiente.
- O altă metodă se folosește pentru materialele care nu sunt caracterizate suficient (de exemplu rășinile epoxidice), la care metodele de încercare în mediul biologic sunt indicate în mod distinct pentru fiecare marcă de material din această clasă. Această metodă este utilizată și pentru materialele obținute în urma unor combinații de produse biologice și sintetice (țesuturile ingineresti).

Metodele pentru încercarea dispozitivului sunt, de asemenea, citate și în standardele de dispozitiv care descriu dispozitivul, performanțele laboratorului în care a fost realizat, aspectele de proiectare generale, dimensiunile și toleranțele dimensionale date în desenele de execuție, precum și materialele folosite cu referire la standardele de materiale. Dacă o metodă de încercare descrie doar modul în care se face încercarea, în standardele referitoare la dispozitive sunt specificate și performanțele produsului (de exemplu durata de viață, cerințele de biocompatibilitate ale dispozitivului, materialele din care acesta este confecționat) [45], [83].

*Standardele de procedură* pot fi considerate ghiduri care descriu metodologia de efectuare a unor proceduri care nu sunt considerate încercări. Exemplele includ standarde pentru pregătirea suprafețelor și proceduri standardizate pentru sterilizarea implantelor, spre exemplu [215]:

*ASTM F86-04 Standard Practice for Surface Preparation and Marking of Metallic Surgical Implants [Pregătirea suprafețelor și marcarea implantelor chirurgicale metalice]*

*ASTM F561-05a Standard Practice for Retrieval and Analysis of Medical Devices, and Associated Tissues and Fluids [Recuperarea și analiza dispozitivelor medicale implantate și a țesuturilor asociate]*

*ASTM F565-04 Standard Practice for Care and Handling of Orthopedic Implants and Instruments [Întreținerea și mânuirea implantelor ortopedice și a instrumentarului]*

*ASTM F983-86 (2005) Standard Practice for Permanent Marking of Orthopaedic Implant Components [Marcarea permanentă a componentelor implantului ortopedic]*

Termenul de „standarde opționale” („voluntary standards”) implică faptul că documetele nu sunt impuse și oricine le poate folosi. Această terminologie se mai referă la modul în care standardele sunt dezvoltate. Aceste standarde sunt folosite de către producători, utilizatori, laboratoarele de încercări și în universități.

Conformitatea cu un asemenea standard este opțională, dar utilizarea lor este adesea utilă [44].

### 2.3.4 Standarde de biocompatibilitate

Există diferite încercări ce pot fi utilizate pentru a determina răspunsul biologic la materiale. Utilizările pe termen scurt necesită doar încercări pe termen scurt. Utilizările pe termen lung necesită aplicarea încercărilor pe dispozitive particulare și tipuri de țesuturi. Deoarece nu toate încercările sunt necesare pentru toate aplicațiile, organizațiile de standarde naționale și internaționale au dezvoltat documente matrice ce indică care metodă este potrivită pentru aplicația respectivă. Aceste documente pot fi utilizate ca ghiduri în pregătirea unei prezentări în fața U.S. FDA (*Food and Drug Administration*), a *Comisiei europene* sau a altor agenții de reglementare pentru aprobarea unui nou material sau dispozitiv. Documente matrice similare au fost standardizate și de către CSA, BSI și ISO.

O mare parte din activitatea de standardizare este acum asociată cu *Organizația internațională de standardizare (International Standards Organization – ISO)* cu evaluări biologice ale dispozitivelor medicale, luând în considerare TC 194 și prezentându-se în documentele de dezvoltare ale seriei de standarde ISO 10993 (părțile 1-18, din 2002-2007) [216].

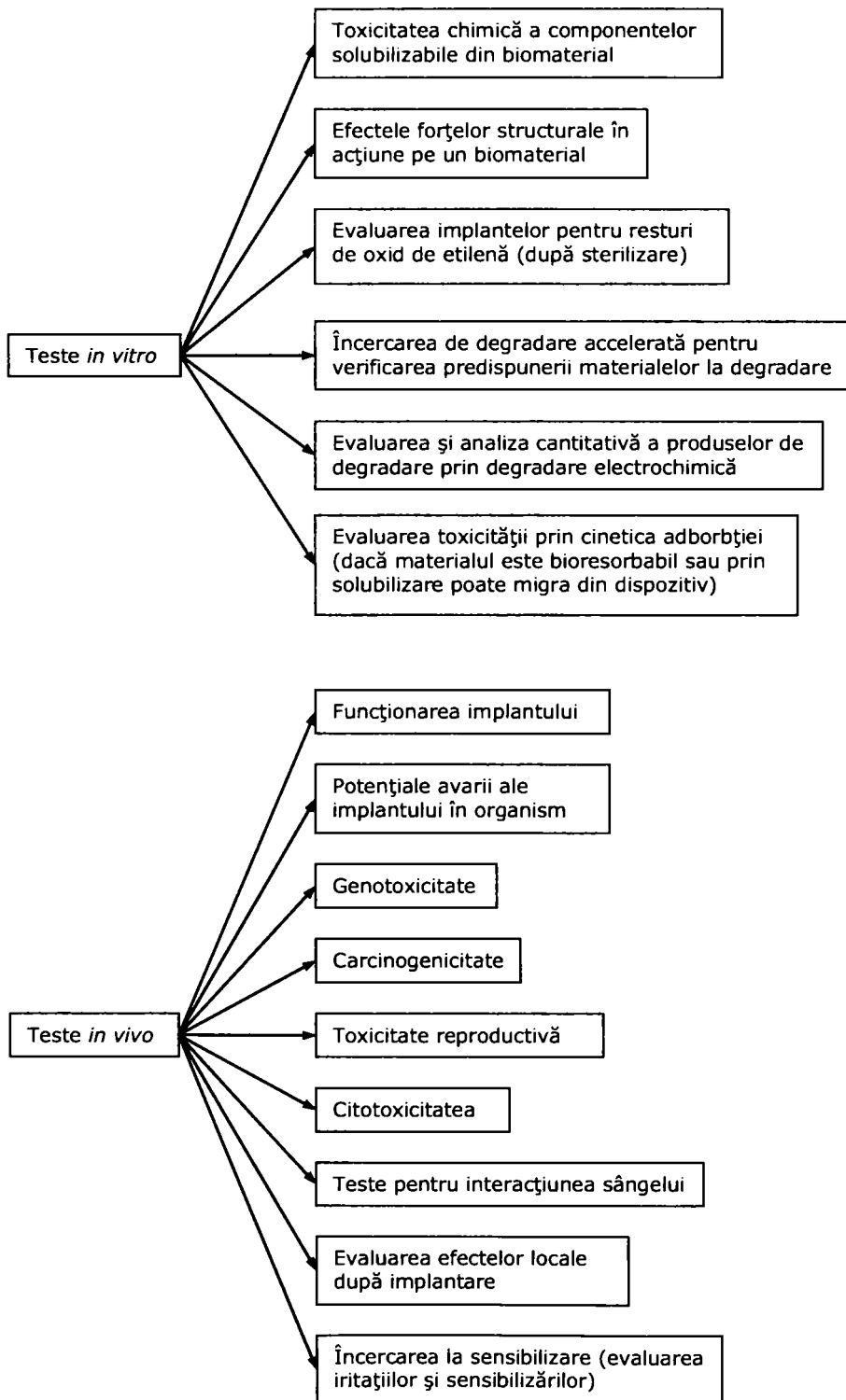
În România, această serie de standarde este adoptată și armonizată în ani diferiți, sub seria de standarde SR EN ISO 10993 (părțile 1-18, din 2002-2007) [217], încadrându-se în domeniul 11 *Medicină*, Grupa ICS (*International Classification for Standards*) fiind diferită, fiecare standard încadrându-se în grupa ICS din care face parte, iar indicele de clasificare CAN (*Convertor Analogic Numeric*) al seriei de standarde SR EN ISO 10993 (părțile 1-18, din 2002-2007) [217] este *E32 Instrumente, aparate și utilaj mecanic de uz medical*.

Există două părți diferite ale acestei serii de standarde:

- În prima parte sunt prezentate definiții și ghidul pentru selecția categoriilor încercărilor de evaluare ce trebuie făcute (figura 2.3).
- Cealaltă parte a seriei de standarde SR EN ISO 10993 (părțile 1-18, din 2002-2007) [217] redă mai multe detalii asupra selecției încercărilor individuale ce trebuie făcute pentru interacțiunea biologică particulară sau a efectului biologic (de exemplu, contactul cu sângele, toxicitatea sistemică, genotoxicitatea).

Adesea, detaliile metodelor de încercare nu sunt prezentate în documentele ISO și au referințe la alte documente cum ar fi standardele ASTM sau USP (*U.S. Pharmacopeia*) pentru proceduri și metodologii.

Selecția materialului și evaluarea riscului biologic sunt componente integrale ale procesului de proiectare pentru dispozitivele medicale luate în considerare de TC 194. Această evaluare este o componentă a planului de managementul riscului aliniată standardului adoptat și armonizat SR EN ISO 14971: 2003 *Aplicarea managementului riscului dispozitivelor medicale*, conținând identificarea tuturor riscurilor și estimarea riscurilor asociate. Criteriile pentru definirea riscului biologic (toxicologic) trebuie stabilite la începutul evaluării riscului și a procesului de management al proiectării. Evaluarea siguranței biologice trebuie să fie planificată și efectuată pentru a demonstra realizarea criteriilor specifice pentru siguranță. Aprecierea riscului adecvat necesită caracterizarea riscului toxicologic și al expunerilor. Urmând structura managementului riscului descrisă în SR EN ISO 14971: 2003 [274], o componentă majoră în identificarea riscului este caracterizarea materialului.



**Figura 2.3** Testele de biocompatibilitate în cazul realizării unui nou implant sau dispozitiv medical, conform SR EN ISO 10993 (părțile 1-18, din 2002-2007)

În cazul unui implant ortopedic pe termen lung, trebuie luate în considerare câteva etape pentru a stabili biocompatibilitatea unui nou material pentru aplicația respectivă. Se poate lua în considerare standardul ASTM F748-06 *Standard Practice for Selecting Generic Biological Test Methods for Materials and Devices [Procesul pentru metodele de încercare selectivă biologică generică pentru materiale și dispozitive]*.

#### Încercări *in vitro*

ASTM F619-03 *Standard Practice for Extraction of Medical Plastics [Procese pentru extragerea plasticelor medicale]*. Este o metodă pentru extragerea plasticelor medicale din lichide ce simulează fluidele biologice. Aparatul de extracție este apoi utilizat pentru încercări chimice sau biologice. Fluidele de extracție includ apă sărată, ulei vegetal și apă.

ASTM F813-07 *Standard Practice for Direct Contact Cell Culture Evaluation of Materials for Medical Devices [Procese pentru evaluarea culturii celulelor în contact direct cu materialele destinate dispozitivelor medicale]*. Este o încercare de cultură cu precauție a celulelor țesuturilor conjunctive, ce utilizează tipuri americane de colectare a culturilor. Această metodă poate fi utilizată ca o primă etapă a încercării biologice. Este folosită, de asemenea, pentru controlul calității în producție. Mai există și alte standarde ASTM de metode de cultură a celulelor.

ASTM F756-00 *Standard Practice for Assessment of Hemolytic Properties of Materials [Aprecierea proprietăților hemolitice ale materialelor]*. Este o încercare *in vitro* de evaluare a proprietăților hemolitice ale materialelor în contact cu sângele. Există două proceduri: una statică și una ce se desfășoară în condiții dinamice.

#### Teste *in vivo* pe termen scurt

Încercări adiționale pentru rezultate speciale sunt, de asemenea, incluse în standardele ASTM cum ar fi examinarea și reacția la particule, imunotoxicitatea și recuperarea și analiza implantelor și țesuturilor.

Există încercări *in vivo* suplimentare, ce nu au fost încă standardizate de ASTM:

**Trombogenicitatea.** Încercări pentru tendința materialelor de a cauza coagularea sângelui nu au fost standardizate. Ghidurile pentru asemenea încercări au fost dezvoltate de *Institutul pentru sânge, plămâni și inimă (Heart Lung and Blood Institute – NIH)*.

**Mutagenitatea.** Există un număr de încercări *in vivo* și *in vitro* pentru a determina dacă mutația celulelor are cauze chimice. Deși nu se specifică dezvoltarea pentru implante, ghidurile există ca parte a ghidurilor OECD (*Organisation for Economic Co-operation and Development*) pentru încercări chimice și în ASTM.

**Pirogenitatea.** Un pirogen este un produs chimic ce cauzează febra.

#### Teste *in vivo* pe termen lung

Rezultatelor încercărilor pe termen lung pot contribui la elucidarea a două aspecte. Unul este răspunsul țesutului la material, celălalt este răspunsul materialului (degradarea) la implantare.

ASTM F981-04 *Standard Practice for Assessment of Compatibility of Biomaterials for Surgical Implants with Respect to Effect of Materials on Muscle and Bone [Procese pentru aprecierea compatibilității biomaterialelor pentru implante chirurgicale și efectele materialelor asupra mușchiului și al osului]* se referă la implantarea pe termen lung a materialelor în mușchi și oase de șoareci, iepuri și

câini și presupune o necropsie generală la timpul sacrificiului. Locul implantului cu mușchi și os este înlăturat la sacrificare, iar implantul rămâne *in situ* până când țesutul este conservat în formol. Implantul poate fi înlăturat din încastrare și secționat.

Nu este prevăzut nici un standard pentru încercarea dispozitivelor pe termen lung. Pentru un dispozitiv destinat unei aplicații particulare, este esențială încercarea funcțională a acestuia. În cazul unei plăcuțe de fixare a fracturii, se poate propune utilizarea plăcuțelor pentru osteotomie femurală la câini. Acest studiu va lua în considerare efectele implantului asupra țesutului sau efectul implantării asupra proprietăților dispozitivului, de exemplu, degradarea materialului.

Metodologia pentru încercările pe termen lung de carcinogenicitate a implantelor nu au fost încă standardizate de ASTM, deși ASTM F1439-03 *Standard Guide for Performance of Lifetime Bioassay for the Tumorigenic Potential of Implant Materials [Ghid de stabilire a duratei de viață pentru probele biologice de potențiale tumori provocate de materialele din care sunt confecționate implantele]* este un ghid pentru selecția încercărilor. Aceasta înseamnă o încercare de producere a unei tumori în șoareci. SR EN ISO 10993-3: 2004 prezintă considerații asupra încercărilor de genotoxicitate, carcinogenicitate și toxicitate reproductivă cu referire la unele metode de încercare [265].

Înregistrările de biocompatibilitate, cum sunt cele descrise de seria de standarde SR EN ISO 10993 **Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale** (părțile 1-18, din 2002-2007) [217], conduc la evaluarea clinică a dispozitivului pentru ieșirea pe piața unui produs. Implementarea seriei de standarde SR EN ISO 10993 vizează riscul asociat cu utilizarea produsului.

**SR EN ISO 10993-1: 2004 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 1: Evaluare și testare**, se referă la înregistrările de biocompatibilitate, se concentrază pe toxicitatea chimică a componentelor solubilizabile sau a degradării produselor și face parte din grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*. Deși SR EN ISO 10993-1: 2004 [254] avertizează reglementatorii să ia în considerare materialul dintr-o perspectivă convenabilă globală, cei mai mulți reglementatori folosesc tabelul încercărilor pentru a lua în considerare lista de verificare a cerințelor. Revizuitorii de aplicații au tendința de a da credibilitate tot mai multă rapoartelor de încercări executate de laboratoare. Categoriile bazate pe expunere și segmentele de durată văd logică structura pentru determinarea nivelelor de încercare.

Standardul a evoluat din ghid, avertizând reglementatorii că aceste încercări nu sunt suficiente pentru o înțelegere a performanței biomaterialului ca o componentă a dispozitivului și interacțiunea organismului cu un dispozitiv sau un material. De exemplu, aceste înregistrări generale nu evaluează efectele pe termen lung ale forțelor structurale în acțiune pe un biomaterial încorporat într-un implant. Este, de asemenea, necesară dezvoltarea standardelor prin studii pe animale destinate să evalueze funcționarea și potențialele avarii ale implantului în organism. Deși folositor ca standard de serie al încercărilor, scopul stabilit al seriei de standarde SR EN ISO 10993 (părțile 1-18, din 2002-2007) [217] nu poate cuprinde toate problemele de performanță ale implantului. Mai degrabă, aceste scheme de încercări trebuie privite ca o analiză de toxicitate cu valori limitate la afirmarea performanțelor globale ale unui material utilizat la fabricarea implantului [214].

Principiile fundamentale ale evaluării toxicității prezentate în SR EN ISO 10993-1: 2004 asigură un ghid excelent referitor la siguranța dispozitivelor

medicale. Cele 7 principii fundamentale de evaluare a toxicității prezentate în SR EN ISO 10993-1: 2004 sunt următoarele [254]:

- a) Materialele trebuie caracterizate pentru a asigura o înțelegere a formulării, potențiale impurități și pentru asigurarea bazei cerințelor.
- b) Chimicalele extractibile și produșii de degradare trebuie luați în considerare la evaluarea toxicologică a dispozitivului.
- c) Disponibilitatea produșilor extractibili și de degradare atunci când un pacient este expus unui dispozitiv, trebuie luați în considerare la proiectarea programelor de testare.
- d) Testarea trebuie să se realizeze în acord cu practicile laboratorului și să fie efectuată de persoane competente și informate.
- e) Rezultatele experimentale complete trebuie să fie disponibile autorităților de revizuire.
- f) Modificările de compoziție a materialelor, practicile de producție sau utilizarea propusă a dispozitivului trebuie să fie evaluate ținând cont de modificările posibile în efectele toxicologice ale pacienților.
- g) Toate rezultatele relevante, incluzând informații din surse monoclinice, studii clinice și experiențe, după scoaterea pe piață, trebuie luate în considerare când se evaluează un dispozitiv.

Producătorii de dispozitive trebuie să utilizeze acest standard pentru a determina ce tip de efecte biologice se produc asupra materialelor dintr-un dispozitiv particular, pe baza naturii și longevității produsului și al utilizării acestuia. Efectele biologice includ: sensibilitatea, iritarea, hemocompatibilitatea, diferite tipuri de toxicitate și modificări reproductive sau de dezvoltare. După determinarea categoriilor de efecte biologice, informațiile trebuie să fie utilizate pentru a confirma faptul că acestea au fost adresate adecvat. Trebuie elaborate rapoarte ce conțin rezultate sigure din studii anterioare pe dispozitive din aceleași materiale, informații obținute din vânzarea materialelor prime sau a părților componente și informații rezultate din studii în perspectivă a dispozitivelor. Dacă se necesită studii în perspectivă, se pot utiliza diferite părți din seria de standarde SR EN ISO 10993 (părțile 1-18, din 2002-2007) [217] ca sursă pentru metode de testare potrivite în laborator [214].

Multe din prevederile referitoare la încercările biologice cuprinse în **SR EN ISO 10993-2: 2007 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 2: Cerințe pentru protecția animalelor** (grupa ICS 11.100.20 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale*) specifică aspectele specifice ale biocompatibilității și nu sunt necesare pentru toate dispozitivele medicale [264].

**SR EN ISO 10993-3: 2004 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 3: Teste pentru genotoxicitate, carcinogenitate și toxicitate asupra funcției de reproducere** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) descrie pe scurt încercările de genotoxicitate, carcinogenitate și toxicitate reproductivă, dar aceste descrieri nu constituie un protocol. Protocoalele detaliate trebuie să fie în grija laboratoarelor de contact. Conform acestei norme, cele trei tipuri de efecte majore genotoxice sunt: mutațiile genetice, aberațiile cromozomiale și efectele asupra ADN-ului. Datorită faptului că o singură analiză *in vitro* nu este capabilă de a detecta toate cele trei tipuri de efecte genotoxice, se recomandă a fi efectuate mai multe teste. Testele pentru mutația genetică și aberațiile cromozomiale detectează leziuni ale moleculelor de ADN, în timp ce testele pentru efectele ADN detectează evenimente ce pot conduce la afectarea

celulelor [265]. Analizele *in vitro* din fiecare categorie pot fi efectuate utilizând microorganisme sau celule mamaliene. Cu toate că SR EN ISO 10993-3: 2004 precizează faptul că evaluările *in vivo* se cer numai dacă sunt garantate științific sau dacă rezultatele analizelor *in vitro* indică nevoia altor testări, se recomandă includerea unui model *in vivo* în seria de teste de genotoxicitate [204], [265].

Testele clasice *in vitro* și *in vivo* pot fi utilizate pentru a evalua genotoxicitatea materialelor dispozitivelor medicale. În toate cazurile, constatările adverse sau echivoce impun efectuarea unei alte investigații. O constatare prezumtivă pozitivă, obținută la o analiză *in vitro* poate fi confirmată și conduce la un model alternativ *in vivo*. Rezultatele acceptabile obținute dintr-o serie de teste de genotoxicitate pot justifica eliminarea studiilor de carcinogenicitate *in vivo* dacă există informații despre lipsa genotoxicității materialului analizat [204].

Încercările pentru interacțiunea sângelui sunt prezentate în **SR EN ISO 10993-4: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 4: Selectarea testelor pentru interacțiunile cu sângele** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*), standard care conține un sistem structurat de selecție a testelor bazat pe principii clinice. Tipurile de teste prevăzute de standard depind de categoria de dispozitive sau materiale în contact. Pentru fiecare categorie de contact, se recomandă teste primare (de nivel 1) sau opționale (de nivel 2) de: tromboză, coagulare, hematologie și imunologie [266]. Fiecare categorie reprezintă o funcție specifică a sângelui.

Este foarte important de stabilit dacă un dispozitiv medical care are contact cu sângele este hemocompatibil. Un dispozitiv medical care nu este hemocompatibil dezorganizează un echilibru sau activează impropriu o componentă a sângelui, ceea ce poate reprezenta un pericol pentru pacient. SR EN ISO 10993-4: 2003 [266] asigură un sistem structurat de selecție a testelor, pe care producătorii îl pot utiliza pentru a personaliza o analiză de compatibilitate cu sângele a dispozitivului respectiv, asigurând astfel siguranța pacientului [198].

Citotoxicitatea este descrisă în **SR EN ISO 10993-5: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 5: Teste pentru citotoxicitate *in vitro*** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*). Testele pentru citotoxicitate reprezintă o primă etapă pentru asigurarea biocompatibilității unui dispozitiv medical. Un rezultat negativ indică că materialul nu are substanțe extractibile nocive sau are o cantitate insuficientă pentru a cauza efecte acute în condiții exagerate cu celule izolate [267]. Un rezultat pozitiv de citotoxicitate poate fi interpretat ca un prim semn de avertizare că materialul conține una sau mai multe substanțe extractabile, ce pot fi de importanță clinică. În asemenea cazuri, se impun alte investigații pentru a stabili posibilitatea de utilizare a materialului [213].

**Standardul prEN ISO 10993-6 Biological evaluation of medical devices - Part 6: Tests for local effects after implantation (ISO/DIS 10993-6: 2005) [Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale Partea 6: Teste pentru efectele locale după implantare]** se află în fază de proiect pentru armonizare și adoptare în România. Acest standard este un ghid pentru selectarea metodelor de testare biologică pe animale, pentru studiul efectelor locale ale unui material implantat asupra țesutului viu, atât la nivel macroscopic, cât și microscopic [241]. Utilizarea tehnicilor de implantare *in vivo* pentru caracterizarea răspunsului biologic al țesuturilor la materiale permite evaluarea unor astfel de materiale, care nu poate fi obținută prin alte proceduri [179].

Conform acestui standard, proba este implantată într-o zonă și țesut adecvate pentru evaluarea securității biologice a materialului. Implantul nu este destinat a fi supus sarcinilor mecanice sau funcționale. Efectele locale sunt evaluate prin compararea răspunsului țesutului cauzat de probă, cu cel cauzat de materialele utilizate în dispozitive medicale pentru care s-a stabilit că sunt acceptate clinic. Metodele de testare pentru efecte locale după implantare sunt utilizate pentru a evalua efecte subcronice (termen scurt, până la 12 săptămâni) sau efecte cronice (termen lung, mai mare de 12 săptămâni).

Pregătirea probelor pentru implantat trebuie să aibă caracteristici fizice corespunzătoare, cum sunt: forma, densitatea, duritatea, finisarea suprafeței, pentru a nu influența caracterul răspunsului tisular la materialul testat. Înainte de implantare, probele trebuie decontaminate, sterilizate și manipulate astfel încât să nu se deterioreze [241].

Materialele de testare a efectelor locale după implantare pot fi conținute în tuburi de polietilenă, polipropilenă sau politetrafluoretilenă, clătite cu etanol 70% și apă distilată, apoi sterilizate, apoi testate pentru contaminare microbiologică.

Conform standardului, se pot utiliza și probe de control similare cu cele ale probelor pentru testare la implant. Când proba de control este conținută în tub pentru testarea efectului local după implantare, trebuie să fie sub formă de baghetă din același material cu tubul și cu diametrul egal cu cel exterior al tubului.

Animalele se aleg în funcție de țesutul supus testării, în funcție de mărimea probei, durata de viață a țesutului, în corelare cu durata de viață a animalului și în funcție de răspunsul biologic al țesuturilor moi sau tari, diferite la speciile de animale.

Astfel, pentru testarea pe termen lung a implantelor osoase se vor utiliza șobolani, cobai, iepuri, câini, oi, capre, porci și alte animale cu durată medie de viață relativ lungă.

Evaluarea răspunsului biologic se face prin compararea răspunsului materialului testat cu materialul de control, prin examinarea macroscopică cu ajutorul unei lupe de grosimet scăzut, care permite observarea naturii și a gradului reacțiilor tisulare și examinarea histopatologică la interfața dintre țesut și implant, în cazul țesutului osos, prin evaluarea ariei contactului osos și cantitatea țesutului osos din vecinătatea implantului, precum și prezența țesuturilor necalcificate [241].

Probele pentru testat pot avea formă filetată sau filiformă pentru asigurarea fixării în os sau formă cilindrică. Mărimea implantelor depinde de animalul ales pentru testare și de țesutul osos, astfel [241]:

- iepuri: implante cilindrice cu diametrul de 2 mm și lungimea de 6 mm;
- câini, oi și capre: implante cilindrice cu diametrul de 4 mm și lungimea de 12 mm;
- iepuri, câini, oi, capre și porci: implante ortopedice pentru os, tip filet cu lungimea de 2 mm până la 4,5 mm.

Selecția speciei de animal este importantă din punctul de vedere al fiziologiei țesutului osos și trebuie folosiți cel puțin 4 iepuri sau cel puțin câte două alte animale pentru fiecare perioadă de implantare.

Pentru probele de testat și cele de control se utilizează locuri echivalente anatomic, astfel: implantele pentru testat trebuie dispuse colateral față de cele de control, iar locul implantării trebuie să micșoreze riscul de deplasare al implantului. Este important și numărul locurilor de implantare [241]:

- la iepuri maxim 6: 3 pentru probele de testat și 3 pentru probele de control;
- la câini, oi, capre și porci: maxim 12, câte 6 pentru fiecare implant.



- Raportul de testare trebuie să cuprindă următoarele informații [241]:
- probele pentru implant trebuie să cuprindă informații referitoare la: starea, fabricarea, suprafața, forma materialelor utilizate pentru testat și cele de control, selecția materialelor de control, precum și spălarea, manipularea și sterilizarea acestora;
  - animalele și tehnicile de implantare: se precizează informații referitoare la animale: origine, vârstă, sex, rasă, hrană, greutate, starea de sănătate, etc., precum și numărul implantelor pe animal, zona de implantare și intervalul de observație;
  - tehnica de recuperare și tehnica histologică: cuprind date despre tehnicile de recuperare, numărul implantelor recuperate pe animal și pe interval de observație și despre tehnicile folosite pentru fixarea și pregătirea secțiunilor histologice;
  - evaluarea cuprinde: aspectul macroscopic al implantelor și țesutului înconjurător, precum și rezultatele obținute în urma examinării histologice;
  - evaluarea finală, care conține comparația răspunsurilor biologice ale materialelor de testat și a celor de control, precum și descrierea răspunsului biologic.

**SR EN ISO 10993-7: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 7: Reziduuri de sterilizare cu oxid de etilenă** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) descrie limitele admisibile pentru reziduurile de oxid de etilenă și clorhidrat de etilenă în cazul dispozitivelor medicale individuale sterilizate cu oxid de etilenă, procedurile de măsurare a oxidului de etilenă și clorhidratului de etilenă, precum și metodele de determinare a conformității dispozitivelor în vederea comercializării lor [268].

**SR EN ISO 10993-8: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 8: Selectarea și calificarea materialelor de referință utilizate pentru teste biologice** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) descrie prevederile pentru utilizarea materialelor de referință sau a materialelor de referință certificate, necesare determinării răspunsului biologic al unui material destinat implantării osoase [269].

**SR EN ISO 10993-9: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 9: Cadru pentru identificarea și cuantificarea produșilor potențiali de degradare** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) precizează principiile generale pentru evaluarea sistematică a biodegradării potențiale și observate a dispozitivelor medicale, precum și pentru proiectarea și realizarea studiilor de biodegradare [270]. Prin acest standard, se intenționează facilitarea procedurilor de încercare pentru evaluarea răspunsului biologic la produsele de degradare eliberate de dispozitivele medicale.

**SR EN ISO 10993-10: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 10: Teste de iritare și de hipersensibilitate cu efect retard** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) prezintă protocolul specific și criteriile de acceptare pentru evaluarea iritațiilor și a sensibilizărilor. Încercarea de sensibilizare este una dintre cele mai costisitoare și cu durata cea mai mare de înregistrări aplicate dispozitivelor [255].

**SR EN ISO 10993-11: 2007 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 11: Încercări de toxicitate sistemică** (grupa ICS 11.100.20 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale*) are scopul de a evalua efectele adverse potențiale ale substanțelor chimice ce pot proveni din dispozitivele medicale din sistemele organice din organism. Standardul permite libertatea de proiectare a studiilor destinate de a explora asemenea efecte [256]. Protocoalele de studiu se bazează pe evaluarea toxicologică clasică a medicamentelor și a altor chimicale, dar trebuie modificate pentru adaptarea componentelor solide ale dispozitivelor medicale. În general, se anticipă faptul că materialele din dispozitivele medicale ce au fost testate corespunzător nu vor produce efecte adverse semnificative asupra sistemelor organice [212].

**SR EN ISO 10993-12: 2005 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 12: Prepararea eșantioanelor și a materialelor de referință** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) prezintă recomandări pentru forma și dimensiunea epruvetelor. Acest standard specifică faptul că se preferă evaluarea dispozitivelor medicale în formă de produs finit, întrucât testele biologice trebuie să cuprindă toate aspectele implicate în fabricarea dispozitivului [217], [257]. Pentru cele mai multe dispozitive, utilizarea extraselor de fluide pentru prepararea testelor de material sau exagerarea condițiilor clinice sunt cele mai corespunzătoare tehnici de determinare a efectelor potențiale ale reziduurilor chimice.

**SR EN ISO 10993-13: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 13: Identificare și cuantificare a produselor de degradare din dispozitive medicale pe bază de polimeri** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) prezintă cerințele generale pentru proiectarea testelor de identificare și cuantificare a produșilor de degradare proveniți din dispozitivele medicale pe bază de polimeri, destinate uzului medical [217], [258] și descrie încercarea de degradare accelerată, pentru a determina dacă materialele sunt predispuse la degradare.

**SR EN ISO 10993-14: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 14: Identificarea și cuantificarea produselor de degradare din ceramică** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) descrie două metode pentru obținerea soluțiilor produșilor de degradare din ceramică, inclusiv sticlă, în vederea cuantificării. De asemenea, sunt prezentate indicații pentru analizarea acestor soluții pentru identificarea produșilor de degradare [217], [259]. Sunt prezentate tehnicile disponibile pentru definirea proprietăților fizice și identificarea compușilor chimici specifici extrași. Aceste teste pot fi executate direct pe probe de material sau pe extrași de material preparați în condiții speciale (analiză cu infraroșu, analiză termică, încercări la tracțiune, măsurători de duritate). Proprietățile de suprafață, importante pentru anumite categorii de dispozitive, cum sunt cele în contact cu sângele, pot fi observate direct cu ajutorul microscopului electronic cu baleiaj (SEM) [196].

**SR EN ISO 10993-15: 2002 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 15: Identificare și cuantificare a produșilor de degradare din metale și aliaje** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) se referă la degradarea electrochimică indusă, care poate fi sau nu specifică aplicației dispozitivului. Scopul standardului SR EN ISO 10993-15: 2002 este acela de a specifica cerințele generale pentru proiectarea testelor de identificare și cuantificare

a produșilor de degradare din dispozitivele medicale în formă finală sau a probelor de material corespunzătoare pentru utilizarea clinică și este aplicabil numai dacă sunt generați produși de degradare la alterarea chimică a dispozitivului metalic, într-un test de degradare accelerată *in vitro* [260]. Datorită naturii de accelerare a acestor teste, rezultatele pot să nu reflecte comportamentul implantului sau materialului în organism. Metodologiile chimice descrise au scopul de a genera produși de degradare pentru aprecieri ulterioare.

Analizarea rezultatelor se face prin microscopie optică la mărimi mai mari de 50x și înregistrarea modificărilor semnificative în suprafață. Efectuarea analizei cantitative și calitative a electrolitului printr-o metodă de sensibilizare adecvată (de exemplu, absorbție atomică sau spectroscopie de masă) [260]. Se detectează componenții compoziționali peste limita de cuantificare. Dacă sunt identificați, dar nu cuantificați componenți potențiali cu risc biologic, sunt necesare analize analitice suplimentare.

**SR EN ISO 10993-16: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 16: Proiectarea studiilor toxicocinetice pentru produse de degradare și substanțe extractibile** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) descrie studii toxicocinetice care trebuie luate în considerare dacă dispozitivul este destinat a fi bioresorbabil sau dacă prin solubilizare poate migra din dispozitiv [261].

**SR EN ISO 10993-17: 2003 Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 17: Stabilirea limitelor admisibile pentru substanțe extractibile** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) descrie metoda de determinare și stabilire a limitelor admisibile pentru substanțele extractibile [262].

**SR EN ISO 10993-18: 2006 Evaluare biologică a dispozitivelor medicale. Partea 18: Caracterizare chimică a materialelor** (grupa ICS 11.100 *Medicină de laborator*) cuprinde cadrul de identificare a naturii unui material și identificarea componenților chimici ai acestuia. Caracterizarea chimică se realizează în 5 etape, în funcție de materialele utilizate și de clasa de risc [206], [263]:

- a) Identificarea calitativă a tuturor materialelor prezente în dispozitiv, incluzând orice produși din procesul de fabricație.
- b) Stabilirea faptului că materialele sunt deja utilizate pentru un anumit scop clinic și că au fost demonstrate a fi sigure. În acest caz, nu mai este necesară caracterizarea chimică și constatările pot fi documentate ca parte a evaluării biologice a dispozitivului.
- c) Dacă materialele nu sunt încă în utilizare, se determină cantitatea de materiale și compușii chimici prezenți în dispozitivul medical.
- d) Utilizarea informațiilor cantitative despre material și a rezultatelor toxicologice, stabilește dacă există o cauză de îngrijorare și dacă oricare dintre elementele chimice se lixifiază în organism pe parcursul utilizării clinice.
- e) Dacă există produși chimici, se estimează doza totală la care pacientul este expus.

Standardul **ISO 16428: 2005 *Implants for surgery - Test solutions and environmental conditions for static and dynamic corrosion tests on implantable materials and medical devices*** [*Implante chirurgicale – Soluții de încercare și condiții de mediu pentru încercările la coroziune statică și dinamică asupra materialelor implantabile și a dispozitivelor medicale*] nu

este încă în fază de proiect pentru armonizare și adoptare în România. Acest standard specifică condițiile de mediu pentru încercările materialelor metalice intenționate a fi implantate, a implantelor chirurgicale și a dispozitivelor medicale. Condițiile de încercare descriu condițiile fiziologice simulate într-o manieră simplificată, controlând soluția de încercare, temperatura, atmosfera gazoasă și proporțiile mărimii epruvetei și a volumului soluției de încercare [234].

Aceste condiții ale mediului de încercare pot fi aplicate atunci când este necesar de a combina diferite încercări statice și dinamice, unde trebuie luat în considerare efectul mediului fiziologic. Aplicații tipice sunt încercările de coroziune la oboseală și încercările la frecare și uzare, precum și încercările electrochimice generale [216].

Acest standard nu ia în considerare încercările de simulare a unei proteze de articulații și aspectele particulare ale câmpului dentar. Soluțiile ce pot replica proprietățile tribologice ale fluidelor corpului uman, cum sunt cele utilizate în studiile de uzare nu se regăsesc în scopul acestui standard [234], [216].

Standardul **ISO 16429: 2004 Implants for surgery - Measurements of open-circuit potential to assess corrosion behaviour of metallic implantable materials and medical devices over extended time periods [Implante chirurgicale – Măsurători ale potențialului cu circuit deschis pentru a stabili comportamentul la coroziune a materialelor metalice implantabile și a dispozitivelor medicale pentru perioade de timp prelungite]** nu este încă în fază de proiect pentru armonizare și adoptare în România. Acest standard prezintă o metodă de măsurare a perioadei de timp prelungite a unui circuit deschis de potențial a materialelor pentru implante și a dispozitivelor chirurgicale implantabile imersate într-un mediu de încercare ce simulează fluidele corpului, utilizând o celulă de încercare la coroziune standardizată, pentru a studia proprietățile de coroziune electrochimică ale dispozitivelor medicale [235].

Aceasta metodă de monitorizare a potențialului cu circuit deschis poate fi combinată cu încercări la sarcini statice sau dinamice.

Standardul se aplică, în particular, materialelor metalice, care formează un strat de pasivizare cu proprietăți de protecție împotriva coroziunii, tipice materialelor pentru implantele chirurgicale [235].

Metoda de încercare este recomandată pentru investigarea unui singur material metalic sau aliaj și nu se aplică combinațiilor disimilare de materiale, care necesită considerații particulare de măsurare și interpretare a rezultatelor [216].

Evaluarea clinică a dispozitivelor medicale este de domeniul medicinei de laborator, reglementat în România printr-o serie de standarde adecvate, cu indicele de clasificare internațională (ICS) 11.100.

Standardul **SR EN ISO 14155-1: 2003 Investigația clinică a dispozitivelor medicale pentru subiecți umani. Partea 1: Cerințe generale** înlocuiește standardul **SR EN 540: 1996 Investigația clinică a dispozitivelor medicale pe subiecți umani** [217] și definește procedurile pentru oferirea ajutorului producătorilor, autorităților de reglementare, promotorilor și investigatorilor clinici pentru conducerea și executarea investigațiilor clinice la care sunt supuse dispozitivele medicale. Acest standard tratează investigația clinică pe subiecți umani a dispozitivelor medicale, ale căror performanțe clinice trebuie să fie evaluate înainte de comercializare. Standardul specifică pregătirea procedurilor

scrise în ceea ce privește organizarea, concepția, punerea în practică, adunarea datelor și redactarea documentelor de investigație clinică [271].

Cerințele specificate în standard fac referire la [271]:

- conducerea și documentarea investigațiilor clinice, cu scopul de a ști dacă dispozitivul medical prezintă performanțele prevăzute de producător;
- determinarea eventualelor efecte secundare nedorite, în condiții de utilizare normală;
- permite evaluarea riscurilor acceptabile în raport cu performanțele atribuite dispozitivului medical.

Conform SR EN ISO 14155-1: 2003 [271], etica legată de investigațiile clinice se bazează pe declarația de la Helsinki și amendamentele sale ulterioare, care trebuie să fie aplicată de toate părțile implicate pe parcursul investigațiilor clinice, de la recunoașterea necesității și a justificării sale, până la publicarea rezultatelor, astfel:

- toate părțile implicate trebuie să respecte o strictă confidențialitate pe parcursul investigației clinice;
- toate acordurile convenite trebuie să fie înregistrate în scris și semnate de toate părțile implicate;
- toate părțile implicate trebuie să posede calificarea necesară pentru executarea sarcinilor care le-au fost încredințate;
- în caz de risc neprevăzut sau crescut pentru subiect, trebuie luată în considerare posibilitatea întreruperii sau stopării investigației clinice;
- investigația clinică trebuie concepută pentru culegerea datelor care permit aprecierea asupra dispozitivului, dacă este potrivit populației căreia îi este destinat;
- investigația clinică nu trebuie începută înaintea primirii acordului Comitetului de etică, în funcție de politica națională;
- personalul implicat în investigațiile clinice trebuie să evite exercitarea unei influențe excesive sau nepotrivite asupra subiectului;
- Comitetului de etică trebuie să i se comunice informația necesară, pentru a putea evalua dacă riscurile suportate de subiecții care nu pot spera la un beneficiu terapeutic direct, pot fi justificate prin interesul colectiv.

Metodologia de aplicare a investigațiilor clinice pe subiecți umani trebuie să cuprindă, conform SR EN ISO 14155-1: 2003 [271]:

- Condițiile necesare de a fi satisfăcute înainte de a începe investigația clinică prin elaborarea unui document ce subliniază fundamentarea și rațiunile de justificare a investigațiilor clinice, cuprinzând:
  - o notificarea investigatorului clinic cu privire la datele de identificare a dispozitivului medical implicat: descrierea generală a dispozitivului, funcționarea, fabricarea, dacă există investigații clinice anterioare, elementele utilizate în fabricare, standardele aplicate, atestarea faptului că dispozitivul corespunde cerințelor legale specifice;
  - o diferite clauze cu privire la planul investigației, avizul Comitetului de etică, diferite acorduri între părțile implicate în investigație și clauze referitoare la subiecții implicați (măsuri de despăgubire în caz de vătămare, consimțământul avizat, etc.);
- Planul de investigație clinică, care trebuie să cuprindă:
  - o documentația specifică și/ sau referințele sale;
  - o baza și justificarea investigației clinice;

- o titlul proiectului, identificarea dispozitivului, numele, calificarea și adresa investigatorului clinic, a altor participanți, a promotorului și monitorului, precum și locul de desfășurare a investigației;
- Obiectivul propus prin planul de investigație clinică: stabilirea sau controlarea siguranței și a performanțelor dispozitivului;
- Durata necesară și suficientă a investigației pentru dovedirea siguranței și performanțelor dispozitivului;
- Concepția investigației clinice (numărul dispozitivelor utilizate, metodele adecvate de realizare a investigațiilor);
- Criteriile specifice, metodele de observare și cuantificare, care trebuie stabilite în funcție de performanțele dispozitivului;
- Formularul de raport de caz;
- Consemnarea terapiei urmată de subiecți;
- Metodele statistice despre planul de investigație clinică, până la redactarea raportului final.

În standard sunt precizate și rolurile promotorului, al monitorului și investigatorului clinic în investigație. Aceștia trebuie să respecte toate condițiile și legăturile între ei și desfășurarea în siguranță a investigației clinice, precum și siguranța și minimalizarea riscurilor ce pot surveni asupra subiectului uman pe parcursul investigației clinice.

Rezultatele investigației clinice se prezintă într-un raport final, care trebuie să cuprindă [271]:

- descrierea metodologiei și a concepției, analiza datelor și evaluarea lor clinică, precum și aprecierea clinică semnată de promotor și investigatorul clinic, cu o analiză statistică;
- totalitatea datelor provenite din fiecare centru și pentru toți subiecții participanți; subiecții nu trebuie să fie identificați nici pornind de la raportul final și nici în urma rezultatelor publicate;
- semnăturile tuturor investigatorilor clinici implicați.

Standardul **SR EN ISO 14971: 2003 Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale** stabilește o procedură prin care un producător poate identifica pericolele asociate cu dispozitivele medicale și accesoriile acestora, inclusiv dispozitivele medicale de diagnostic *in vitro*, poate estima și evalua riscurile, controla aceste riscuri și monitoriza eficiența controlului și se aplică tuturor etapelor ciclului de viață ale unui dispozitiv medical.

Cerințele generale pentru gestiunea riscului sunt, conform SR EN ISO 14971: 2003 [274]:

- Cerințele de reglementare naționale sau regionale;
- Procesul de gestiune a riscului, care cuprinde: analiza riscului, evaluarea riscului, controlul riscului și informații post – producție;
- Responsabilitățile managementului, unde producătorul trebuie:
  - o să definească politica pentru determinarea riscului acceptabil, ținând seama de standardele internaționale relevante și reglementările naționale și regionale;
  - o să asigure resurse adecvate;
  - o să asigure personal instruit pentru management, producție și activități de evaluare;
  - o să analizeze rezultatele activităților de gestiune a riscului, la intervale definite, pentru a asigura continua adecvare și eficiență a procesului de gestiune a riscului;

- Calificarea personalului cu sarcini pe linia gestiunii riscului dispozitivului medical;
- Planul de gestiune al riscului dispozitivului medical luat în considerare, care cuprinde: domeniul de aplicare al planului, cu identificarea și descrierea dispozitivului medical și fazele ciclului de viață pentru care planul este aplicabil; un plan de verificare; alocarea responsabilităților; cerințe pentru revizuirea activităților de gestiune a riscului; criteriile de acceptabilitate a riscului.
- Fișierul de gestiune a riscului, care cuprinde rezultatele tuturor activităților de gestiune a riscului.

Etapele de desfășurare a analizei riscului, conform SR EN ISO 14971: 2003 [274] sunt:

- a) Procedura de analiză a riscului, care cuprinde descrierea și identificarea dispozitivului medical sau accesoriului analizat; identificarea persoanelor și a organismului care realizează analiza riscului, precum și data analizei;
  - b) Utilizarea planificată/ scopul propus și identificarea caracteristicilor legate de securitatea dispozitivului medical descrise de producător;
  - c) Estimarea riscurilor pentru fiecare pericol utilizând date sau informații disponibile; pentru pericolele pentru care nu poate fi estimată probabilitatea apariției efectelor dăunătoare, trebuie întocmită o listă cu consecințele posibile ale acestora;
  - d) Evaluarea riscului: producătorul trebuie să decidă pentru fiecare pericol identificat dacă riscul estimat este atât de mic încât să nu fie necesară urmărirea reducerii acestuia;
- Controlul riscului prezentat în SR EN ISO 14971: 2003 [274] cuprinde următoarele etape:
- a) Reducerea riscului de către producător, astfel încât riscurile reziduale asociate cu fiecare pericol să fie acceptabile;
  - b) Analiza opțiunilor prin care producătorul trebuie să identifice măsurile de control corespunzătoare pentru micșorarea riscurilor la un nivel acceptabil și să respecte securitatea inerentă prin proiectare; măsuri de protecție în dispozitivul medical sau în procesul de fabricație și informațiile de securitate;
  - c) Implementarea măsurilor de control ale riscului prin verificarea eficacității acestora de către producător;
  - d) Evaluarea riscului rezidual după criteriile definite în planul gestiunii riscului; dacă riscul rezidual nu este acoperit de aceste criterii, se aplică măsuri de control a riscului suplimentare, iar dacă este apreciat acceptabil, atunci informațiile relevante pentru explicarea riscurilor reziduale trebuie incluse în documentele însoțitoare corespunzătoare, furnizate de producător;
  - e) Analiza risc/ avantaj se efectuează utilizând criteriile stabilite în planul gestiunii riscului, dacă riscul rezidual este inacceptabil, producătorul trebuie să analizeze datele referitoare la avantajele medicale ale utilizării planificate, pentru a stabili dacă acestea sunt mai importante decât riscul rezidual.
  - f) Alte pericole generate: pentru orice pericol nou introdus prin măsurile de control al riscului, trebuie evaluate riscurile asociate;
  - g) Gradul de evaluare al riscului – producătorul trebuie să asigure că riscurile pentru toate pericolele identificate au fost evaluate.

Evaluarea riscului rezidual total se realizează conform SR EN ISO 14971: 2003 [274], dacă acesta este inacceptabil prin utilizarea criteriilor definite în planul gestiunii riscului, producătorul trebuie să strângă și să analizeze date despre

avantajele medicale ale utilizării planificate/ scopului propus, pentru a determina dacă acestea sunt mai importante decât riscul rezidual total [274].

Raportul de gestiune al riscului trebuie să conțină rezultatele procesului gestiunii riscului și să susțină trasabilitatea fiecărui pericol la analiza riscului, evaluarea riscului, implementarea și verificarea măsurilor de control a riscului și aprecierea acceptabilității riscului rezidual (SR EN ISO 14971: 2003 [274]).

Conform SR EN ISO 14971: 2003 [274], informațiile post – producție stabilite de producător în legătură cu dispozitivul medical trebuie evaluate în legătură cu relevanța asupra securității, în ceea ce privește următoarele aspecte:

- dacă sunt prezentate pericole anterior necunoscute;
- dacă riscurile estimate provenite de la un pericol nu mai sunt acceptabile;
- dacă evaluarea inițială este astfel invalidată.

Dacă există posibilitatea ca riscurile reziduale sau acceptabilitatea lor să se fi modificat, trebuie evaluat impactul asupra măsurilor de control a riscului.

### **Concluzii**

1. Dispozitivele medicale sunt reglementate prin standarde la toate nivelele, inclusiv prin legi și directive europene, armonizate și în România, în ultimii ani.
2. Reglementările legislative privind dispozitivele medicale se referă, în principal, la clasificarea acestora și la descrierea acțiunilor referitoare la manipulare și utilizare.
3. Standardele din domeniul implantelor chirurgicale sunt împărțite pe categorii, privind materialele din care sunt confecționate, clasele de implantate chirurgicale utilizate și existente pe piață, precum și încercările specifice dedicate.
4. Necesitatea adoptării și armonizării standardelor pentru dispozitive medicale în România a devenit o prioritate, existând tot mai multe standarde adoptate în ultimii ani și unele în curs de adoptare.
5. În România sunt puse la punct programe de armonizare și adoptare de standarde din toate categoriile și nivele în ceea ce privește implantate chirurgicale, cele deja existente fiind aliniate la cerințele actuale.
6. În ceea ce privește standardele de materiale pentru dispozitive medicale, acestea s-au dezvoltat din materialele utilizate în alte domenii, impunându-se anumite restricții în ceea ce privește compoziția lor chimică și biocompatibilitatea.



### 3. STUDII DE LABORATOR PRIVIND COMPORTAREA BIOMATERIALELOR ÎN MEDIUL BIOLOGIC

Comportarea materialelor biocompatibile în mediu biologic poate fi caracterizată prin încercări *in vitro*, care evidențiază acțiunea acestor medii biologice simulate asupra materialelor. Aceste încercări sunt reglementate prin standardele:

- SR EN ISO 10993-15: 2002 [260];
- ISO 16428: 2005 [234];
- ISO 16429: 2004 [235].

Fenomenele care conduc la coroziunea materialelor biocompatibile și influența unor factori tehnologici (deformare plastică la rece) asupra comportării la coroziune a acestor materiale sunt analizate în continuare.

#### 3.1 Forme de coroziune specifice materialelor utilizate la implante osoase

Acțiunea mediului biologic asupra implantelor metalice se manifestă prin diferite forme de coroziune, care au ca principal element comun existența unui mediu lichid materializat prin diferitele fluide din organism [176], [177].

În cazul general, reacțiile care au loc în cazul coroziunii umede a unui material pot fi exprimate sub forma:



Oxidarea umedă diferă față de oxidarea uscată prin următoarele aspecte:

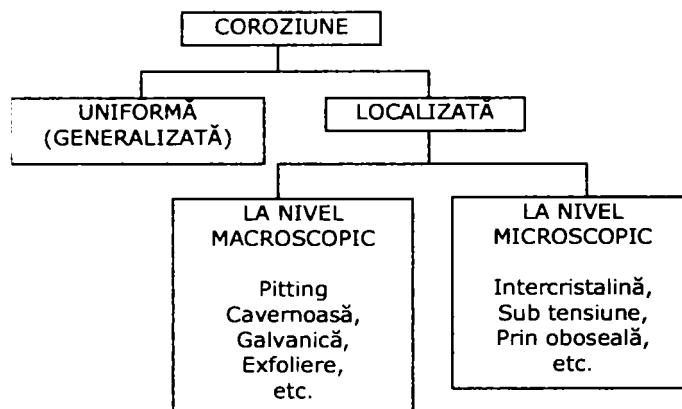
- hidroxidul apare sub formă de precipitat, care nu formează un strat protector pe suprafața expusă la coroziune;
- ionii de metal și radicalii OH difuzează foarte rapid în mediul lichid;
- viteza de deplasare a electronilor liberi în materialul metalic este foarte mare.

Din aceste motive, oxidarea umedă este mult mai accelerată decât oxidarea uscată (în cazul fierului viteza de oxidare în mediul umed poate fi de milioane de ori mai mare). În cazul oxidării uscate, forța motrică a transformării este reprezentată de energia necesară pentru obținerea oxidului. La oxidarea umedă, care se produce ca urmare a deplasării electronilor, forța motrică a fenomenului poate fi apreciată prin valoarea diferenței de potențial, care produce ionizarea atomilor de metal.

În funcție de raportul dintre suprafața totală expusă mediului coroziv și de dimensiunile zonei corodate, formele de coroziune pot fi clasificate conform schemei din figura 3.1 [145].

*Coroziunea generalizată* se produce la contactul unui material omogen cu mediul de lucru în absența unui gradient de temperatură, concentrație sau presiune, de-a lungul suprafeței de contact și se apreciază prin pierderea de masă pe unitatea de suprafață și unitatea de timp

( $\text{g}\cdot\text{dm}^{-2}\cdot\text{an}^{-1}$ ) sau prin reducerea grosimii pe unitatea de timp ( $\mu\text{m}\cdot\text{an}^{-1}$ ). În cazul biomaterialelor metalice, valoarea admisibilă pentru viteza de coroziune este în jur de  $1 \mu\text{m}\cdot\text{an}^{-1}$ , ceea ce nu reprezintă o reducere sesizabilă a dimensiunilor implantului. Efectul major al acestei forme de coroziune este reprezentat însă de acumularea ionilor de nichel, crom sau cobalt în țesuturile din vecinătatea implantului.



**Figura 3.1** Schema de clasificare a formelor de coroziune

Prezentarea unor forme de coroziune ce intervin în cazul materialelor metalice destinate implantării osoase este exemplificată prin microfotografiile realizate de autoare în cadrul unor cercetări care au urmărit comportarea diferitelor mărci de oțeluri inoxidabile austenitice în medii de soluție salină [114], [282], [283], [284] sau în medii organice [39].

**Coroziunea în puncte (pitting)** este o formă de coroziune localizată, prin care se formează puncte de coroziune pe suprafața metalică. Se produce ca urmare a întreruperii stratului de protecție. Deși cantitatea de material corodat este relativ redusă, coroziunea prin pitting conduce la perforarea rapidă a materialului. Procesul presupune parcurgerea a două etape: ruperea filmului protector și propagarea coroziunii.

Oțelurile inoxidabile sunt predispuse la coroziunea în puncte, provocate de urme ale unor materiale diferite, care aderă la suprafață în timpul procesului de prelucrare. Aceste impurități pot iniția coroziunea în puncte în raport cu limitele de grăunți și astfel pot conduce la defectarea componentei. Coroziunea prin pitting la oțelurile inoxidabile poate fi inițiată și de zgârieturi produse ca urmare a unei manipulări necorespunzătoare.

Această formă de coroziune este favorizată de prezența unor incluziuni nemetalice (în special sulfuri) în structura materialului.

În figura 3.2 se prezintă aspectul microscopic al suprafeței unui tub din oțel inoxidabil în care apar urme de coroziune prin pitting [282], [283].

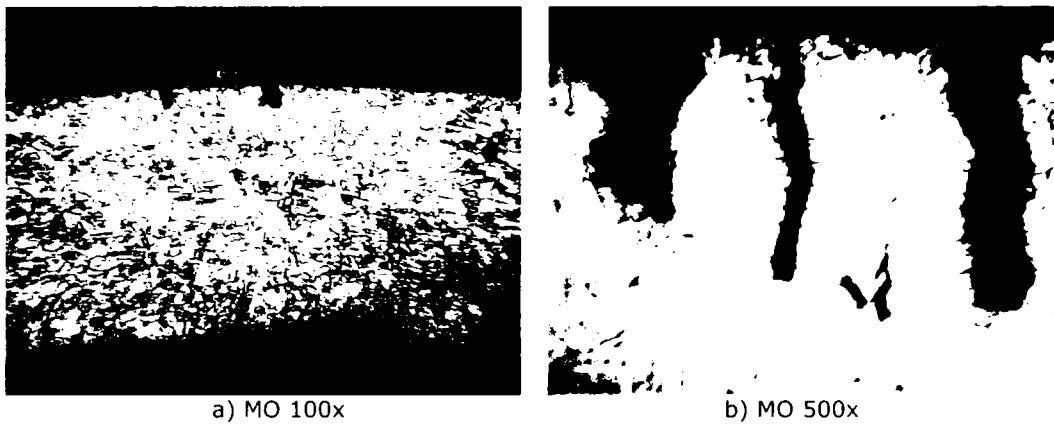


Figura 3.2 Coroziunea prin pitting în oțelul inoxidabil AISI 316L, MO 100x

**Coroziunea cavernoasă** (figura 3.3) este o formă de coroziune asemănătoare coroziunii în puncte. Se manifestă în zonele în care există interstiții de dimensiuni mici între două suprafețe învecinate, în articulații sau pe suprafețele pe care apar depuneri. În cazul implantelor ortopedice, forma specifică de coroziune cavernoasă apare între capetele șuruburilor și plăcuțele pentru fixarea fracturilor [39].

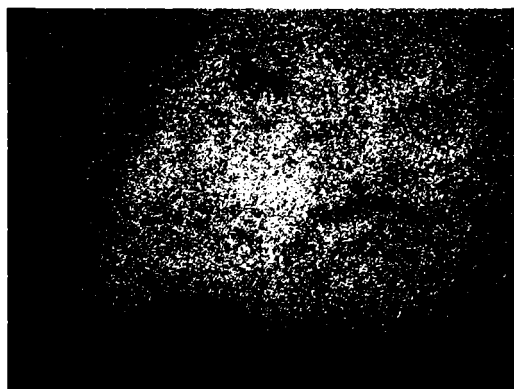


Figura 3.3 Coroziune cavernoasă în oțelul inoxidabil AISI 316, MO 200x (neatacat)

**Coroziunea galvanică** este o formă de coroziune localizată, care se produce datorită neomogenității chimice a materialului sau datorită neomogenității mediului, care favorizează formarea unor pile locale și corodarea selectivă a unei zone de pe suprafața de contact.

Neomogenitatea materialului poate fi reprezentată de utilizarea a două sau mai multe materiale cu potențiale diferite (plăci de osteosinteză dintr-un material, fixate cu șuruburi din material cu altă compoziție chimică) sau de prezența unor incluziuni în metalul de bază.

Neomogenitatea mediului se manifestă prin variația conținutului de aer (zonele cu conținut mai mare de oxigen se corodează mai rapid) și a diferențele de temperatură.

**Coroziunea intercristalină** se manifestă prin pierderea legăturii metalice dintre grăunții cristalini, ca urmare a corodării limitelor de grăunți. Este o formă de coroziune specifică oțelurilor inoxidabile la care, în urma unor procedee tehnologice

(tratamente termice sau sudare), este favorizată precipitarea unor carburi de crom la limitele de grăunți. Carburile de crom ( $\text{Cr}_{23}\text{C}_6$ ) au un conținut de crom mai mare decât conținutul mediu al materialului și formarea lor presupune reducerea conținutului de crom din zonele învecinate sub limita de 12%, care permite formarea stratului protector de oxid de crom. Aceste zone sărace în crom se vor coroda, integritatea materialului se va distruge, deși piesa nu-și modifică dimensiunile și nici aspectul suprafeței.

În figura 3.4 se prezintă un exemplu de oțel inoxidabil austenitic în care, după tratamentul termic de recoacere, în stratul superficial apare coroziune intercrystalină.

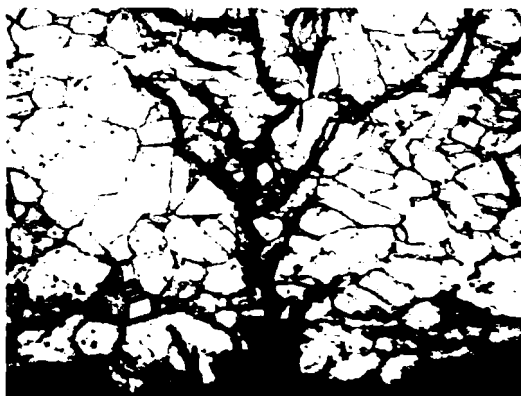


**Figura 3.4** Coroziune intercrystalină după recoacerea oțelului inoxidabil AISI 304L, MO 500x

Propagarea fenomenului de coroziune intercrystalină poate duce la separarea completă a grăunților.

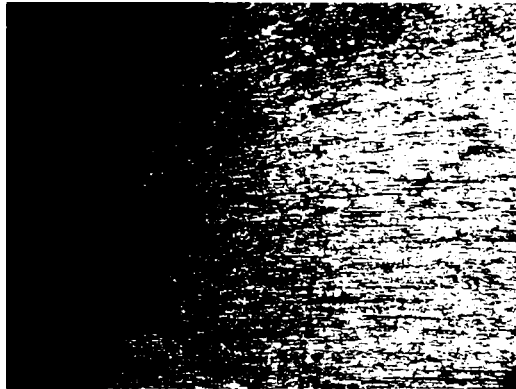
**Coroziunea sub tensiune** are loc sub acțiunea simultană a mediului coroziv și a solicitărilor mecanice. Se manifestă sub forma unor fisuri ramificate intracrystaline sau intercrystaline, care se dezvoltă în direcție perpendiculară pe direcția efortului maxim. Amorsarea fenomenului este provocată, de regulă, de formarea unor puncte de coroziune (coroziune prin pitting).

În figura 3.5 se prezintă un exemplu de coroziune sub tensiune într-o placă de oțel inoxidabil austenitic, care a funcționat într-un mediu umed, în condițiile existenței unor tensiuni interne [116], [282], [283].



**Figura 3.5** Coroziune sub tensiune într-un tub din oțel inoxidabil, AISI 304L, MO 100x

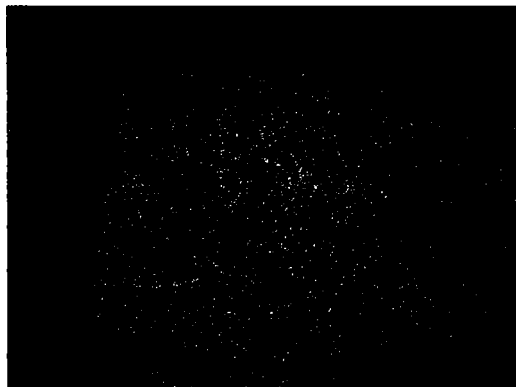
**Coroziunea prin oboseală** are loc după mecanismul prezentat la coroziunea sub tensiune, diferența fiind reprezentată de prezența unor sarcini ciclice. Ruperea implantului se produce prin oboseală, dar numărul ciclurilor și valoarea solicitării sunt mult reduse, ca urmare a fenomenului de coroziune care acționează simultan (figura 3.6).



**Figura 3.6** Coroziune prin oboseală datorată coroziunii localizate într-o plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius din oțel inoxidabil austenitic, AISI 316L, MO 100x

**Dealiera** este o formă de coroziune care se manifestă prin coroziunea selectivă a unui element din compoziția unui aliaj metalic. Deși nu conduce la modificarea formei implantului, reduce mult rezistența la rupere a materialului prin modificarea structurii. Un alt efect negativ este reprezentat de eliminarea din implant a unor ioni cu efecte toxice (mercurul din amalgamul dentar sau nichelul și cromul din oțelurile inoxidabile).

**Coroziunea prin frecare** se manifestă prin corodarea suprafeței implantului ca urmare a îndepărtării mecanice a filmului protector de pe suprafață. Această îndepărtare se poate produce fie ca urmare a curgerii cu viteză mare a unui lichid coroziv (cazul valvelor de inimă), fie datorită frecării dintre două corpuri solide (la protezele de articulații) (figura 3.7).



**Figura 3.7** Coroziune prin frecare datorată micromișcării dintre tija femurală și os din oțel inoxidabil austenitic, AISI 316Ti, MO 100x (neatacat)

După anii 1970, creșterea rezistenței la coroziune a implantelor chirurgicale a devenit o cerință majoră. Dezvoltarea unei game de aliaje rezistente la coroziune,

cum este aliajul Ti-6Al-4V și oțelurile inoxidabile cu conținut ridicat de N, a redus numărul de avarieri datorate coroziunii. Chiar și cele câteva tipuri de avarii ce au loc de obicei, se datorează, fie controlului slab al calității (de exemplu, utilizarea șuruburilor din AISI 304L în locul celor din AISI 316L), fie unui mediu local neașteptat de agresiv din jurul implantului (datorită modificărilor patologice din țesutul înconjurător, ce reacționează la procedura chirurgicală).

Chiar dacă efectul coroziunii asupra implantului nu produce scoaterea sa imediată din funcțiune, trebuie avută în vedere și expunerea organismului la producția de coroziune ce pot rezulta în urma coroziunii și care pot da naștere unor complicații medicale severe.

O altă problemă o reprezintă răspunsul țesutului gazdă la particulele de uzare generate de procesele de oboseală și uzare în cazul protezelor de articulații [162]. Acest mecanism pare a fi unul natural de apărare al organismului. Particulele de uzare provoacă adesea un răspuns inflamator și imunologic. Aceste răspunsuri pot cauza procese de coagulare a sângelui, unde leucocitele, macrofagele și, în cazuri severe, celulele gigant migrează spre particulele străine de uzare, rezultând probleme de interfață între implant și țesutul gazdă. În acest stadiu au loc numeroase activități biochimice. Acestea includ modificarea mediului local la un pH acid (cu un pH mai mic de 3) în care celulele produc super-oxizi și peroxizi, cum este  $H_2O_2$  [149], care degradează rapid implantul.

În general, presupunând că particulele de uzare nu sunt toxice, pot fi distinse următoarele patru cazuri [11], [18], [147]:

- a) Celulele vor încerca să digere particulele străine prin eliberarea de produși chimici și enzime pentru a le dizolva, apoi le vor absorbi, astfel încât producția rezultată să poată fi eliminată prin circulația sângelui și sistemul limfatic în diferite organe, cum sunt rinichii și ficatul.
- b) Dacă materia străină nu poate fi asimilată, organismul va încerca să o elimine (în cazul uzării prin oboseală din cavitatea orală, asemenea particule de uzare din biomaterialele dentare rezultate în timpul procesului de mestecare, sunt eliminate prin sistemul digestiv și provoacă mai puține probleme, comparativ cu alte materiale de implante).
- c) Dacă particulele străine nu pot fi digerate (asimilate), celulele fibroase vor înghiți corpurile străine și le vor izola de țesutul gazdă înconjurător. Aceasta este o problemă majoră, deoarece rezistența de la interfața implant – țesut gazdă va scădea drastic, ducând la deplasări relativ reduse și, prin urmare, la avarierea prin procese de frecare – oboseală – coroziune.
- d) Dacă se mărește cantitatea de materie străină din organism și nici unul dintre mecanismele prezentate nu funcționează, țesutul gazdă va trimite semnale că „cedează”. De exemplu, în cazul unei generări prelungite de cantități mari de particule de uzare, țesutul gazdă încearcă să facă față și trimite osteoclaste, celule implicate în procesul de resorpție a osului, pentru a demineraliza osul înconjurător, aceasta cauzând pierderea protezei.

O problemă majoră este aceea că nu există aprobări unanime în ceea ce privește nivelele de siguranță, sau în ceea ce privește toxicitatea metalelor. De exemplu, acum câțiva ani, aluminiul a fost elementul de legătură cu boala Alzheimer, fapt care a fost recent dezaprobat, fierul fiind acum elementul suspectat de legătură cu boala Parkinson [165]. Actualmente, din fericire, titanul, principalul material în fabricarea implantelor, nu a fost legat de nici o boală, dar nu există garanții că nu se vor descoperi în viitor unele legături cu anumite boli, mai ales că vârsta pacienților care primesc implante este în scădere, datorită popularității sporturilor fizice, care solicită articulațiile la deformații ridicate. Totuși, speranța de viață a unui implant

este în creștere și evident crește și riscul unei acumulări ridicate de ioni toxici odată cu creșterea avarierii implantelor la oboseală și frecare [62], [192]. Ca rezultat, va fi o nevoie continuă de dezvoltare a aliajelor pentru utilizare chirurgicală, care au viteze de coroziune din ce în ce mai reduse.

### 3.2 Efectul mediului biologic asupra implantelor chirurgicale

Componența fluidelor din organism (fluidele din țesuturi, limfa și sângele) este dificil de stabilit. Din perspectiva coroziunii, cele mai importante caracteristici ale acestor fluide sunt conținuturile de săruri, de oxigen dizolvat și nivelele pH-ului.

În condiții normale, fluidele din corpul uman sunt constituite dintr-o soluție salină (0,9% NaCl), care conține în plus aminoacizi și proteine. Acestea includ celule cum sunt leucocitele, macrofagele și corpusculii din sânge (de exemplu, limfocitele, trombocitele, eritrocitele). În mod normal, pH-ul fluidelor este de 7, dar poate scădea la 4 sau 5, atunci când există o inflamație în corp, cauzată de o operație sau o rană. Temperatura normală a organismului uman este de 37 °C, iar presiunea de 1 atmosferă [161].

În aceste condiții, fluidele corpului sunt ceva mai puțin agresive decât apa de mare. Aceasta se reflectă prin faptul că, pentru oțelurile inoxidabile, coeficientul de rezistență la coroziune în puncte (PREN), recomandat pentru implantele chirurgicale, trebuie să fie mai mare de 26, comparativ cu valoarea de 40, cerută pentru materialele care lucrează în apă de mare [194]. Nivelele de bicarbonat din organism sunt de 20 de ori mai mari în sânge decât în apă de mare [95].

Nivelele de oxigen dizolvate în sânge sunt mai mici decât cele din soluțiile saline expuse în aer. Multe implantate metalice se bazează pe formarea unui film de oxid pasivizant, cum este oxidul de crom la oțelurile inoxidabile și dioxidul de titan la aliajele de titan, pentru protecția anticorozivă. Când presiunea parțială a oxigenului în interiorul corpului este redusă, procesele de coroziune se pot accelera. Aceasta se datorează reducerii vitezei de recuperare a filmului de oxid de pe suprafață, odată ce el s-a întrerupt sau a fost înlăturat [62].

Multe alte componente din fluidele corpului, de exemplu, fosfații, colesterolul, fosfolipidele, etc., de obicei, nu joacă un rol în procesul de coroziune sau există în cantități neînsemnate. Ca rezultat, cele mai multe experimente *in vitro* au condus fie la soluții de 0,9% NaCl sau soluții standard izotonice (cum sunt soluțiile Ringer, Hartman sau Hank), în care prezența bicarbonatului sau a clorurii de calciu diferențiază componența din soluția de NaCl. Soluțiile anorganice se bazează pe NaCl diluat, care substituie satisfăcător fluidele corpului uman, atunci când se studiază comportamentul metalelor pasive [150]. Componentele din sânge nu au provocat decât ocazional accelerarea coroziunii *in vivo*. De exemplu, s-a constatat că prezența sulfului în aminoacizi poate duce la creșterea fisurării corozive a oțelurilor inoxidabile [167].

Oțelurile inoxidabile sunt pasivizate în aceste fluide ale corpului, iar titanul este în stare pasivizată în toate soluțiile fiziologice. Operațiile chirurgicale și prezența implantului pot cauza țesutului înconjurător câteva modificări patologice, care pot conduce la formarea unui mediu mult mai coroziv [66]. S-a remarcat că pH-ul din jurul unui implant chirurgical nou implantat poate scădea sub 4, datorită hematoamelor formate, pentru o durată de câteva săptămâni [80], [84]. Peroxidul de hidrogen poate fi, de asemenea, generat pe parcursul stadiilor inițiale ale răspunsului inflamator al țesutului înconjurător după inserarea unui implant [160], [164]. Aceste modificări patologice depind, de asemenea, de activitatea biologică a

oricăru produs de coroziune provenit din implant și de forma și mărimea acestuia. Influența mărimii și formei este dată de faptul că modificările patologice vor fi diferite de-a lungul suprafeței implantului, ceea ce poate conduce la dezvoltarea unor celule electrochimice [52]. În cazul aliajelor de titan a putut fi observată o variație a pH-ului local, pe parcursul experimentelor *in vitro*, care au condus la diferențe de potențial în măsură să producă o coroziune localizată [25].

### 3.3 Particularități ale comportării la coroziune pentru metalele și aliajele biocompatibile

Toate metalele și aliajele utilizate pentru implante chirurgicale se bazează pe dezvoltarea unui film pasiv de oxid, pentru a reduce viteza de coroziune la nivele acceptabile. Specificațiile actuale ale aliajelor moderne destinate implantelor chirurgicale, incluzând compozițiile chimice și tratamentele termice sunt cuprinse în părțile din seria de standarde SR EN ISO 5832 (părțile 1-14, din 1996-2007) [277], [278], [279], [280], [281].

**Oțelurile inoxidabile** sunt susceptibile, în primul rând, de a suferi coroziune localizată. Rezistența la coroziune prin pitting a oțelurilor inoxidabile poate fi estimată prin coeficientul de rezistență la coroziune în puncte (PREN) [161]:

$$\text{PREN} = \%Cr + 3,3 \times \%Mo + 20 \times \%N \quad (3.1)$$

Creșterea valorii coeficientului PREN peste limita de 26 necesară, se poate obține prin adăugarea în compoziție a azotului în concentrații apropiate de 1%.

Oțelul inoxidabil AISI 316L se poate coroda în mediul de fluide al organismului uman, în special, în regiunile cu insuficient oxigen pentru a menține filmul de pasivizare sau în zonele favorizante pentru fisurare (de exemplu la capetele șuruburilor). În plus, componentele femurale din oțeluri inoxidabile se pot rupe. Din acest motiv, oțelurile inoxidabile sunt potrivite pentru dispozitive implantabile temporare. Totuși, există cazuri în care plăcuțele rupte din AISI 316L au fost înlăturate din pacienți după mai mult de 20 de ani, fără a se evidenția coroziunea.

Pentru a preveni coroziunea galvanică nu trebuie utilizate împreună oțeluri inoxidabile de mărci diferite.

**Aliajele Co-Cr** au o rezistență foarte bună la majoritatea formelor de coroziune, incluzând coroziunea prin pitting, coroziunea cavernoasă și coroziunea sub tensiune în cazul unor solicitări statice. În cazul solicitărilor ciclice, aceste aliaje au o rezistență mai redusă la coroziune, coroziunea prin oboseală constituind principala cauză de avariere [11], [101], [103].

O problemă majoră a utilizării acestor aliaje este eliberarea potențială de crom în organism, apreciată ca fiind cancerigenă. Această problemă este întâlnită și la oțelurile inoxidabile, chiar și în prezența unor cantități mai mici de crom.

**Titanul** are o excelentă rezistență la coroziune în majoritatea mediilor, cum este cel *in vivo*, cu excepția regiunilor deficitare în oxigen, unde nu se formează stratul de oxid protector. Dacă este posibilă această situație, titanul trebuie aliat cu o cantitate mică de paladiu. Capacitatea filmului de oxid de a asigura protejarea



împotriva coroziunii poate fi îmbunătățită prin anodizare (rezultând un film mai gros) sau prin „etanșare” (care poate fi obținută prin simpla încălzire în apă distilată) [10], [161]. Titanul poate fi considerat imun la coroziunea prin pitting [161].

**Aliajele de titan** nu au aceeași rezistență la coroziune ca și titanul pur, iar problemele apar atunci când potențialul redox local este ridicat. O asemenea situație poate rezulta atunci când se produce peroxidul de hidrogen pe parcursul stagiului inițial al răspunsului inflamator după inserarea implantului [150]. Cu toate acestea, aliajele de titan au o rezistență la coroziune mai bună decât decât aliajele Co-Cr și oțelurile inoxidabile.

În ciuda rezistenței la coroziune și a biocompatibilității, titanul și aliajele de titan nu reprezintă materialele perfecte pentru implante, datorită rezistenței slabe la forfecare, spre exemplu, făcându-l nepotrivit pentru șuruburi. Titanul are un coeficient ridicat de frecare, ceea ce înseamnă că se pot forma particule în urma uzării dacă acesta intră în contact direct cu osul sau cu suprafața unui alt implant. Aceasta poate conduce la coroziunea prin frecare, dacă stratul de oxid s-a uzat.

**Titanul poros** se caracterizează printr-o viteză de coroziune în mediu simulat de fluide organice semnificativ mai mare decât cea a titanului solid [9], [144]. Viteza de coroziune mare se datorează, în parte, suprafeței mult mai mari, pe care o structură poroasă o expune mediului înconjurător, comparativ cu părțile solide. În matricea poroasă poate să apară și coroziunea cavernoasă. Tehnicile care îmbunătățesc proprietățile filmului de pasivizare asupra titanului solid (de exemplu, anodizarea) sunt mai puțin eficiente asupra titanului poros [8].

**Aliajele Ni-Ti** nu au fost încă pe deplin evaluate din punct de vedere al rezistenței la coroziune, dar se apreciază că ar fi ceva mai rezistente decât oțelurile inoxidabile, cum este AISI 316L [124]. Cea mai obișnuită formă de coroziune asupra aliajelor Ni-Ti este coroziunea în puncte, care duce la conceptul că nichelul (care este toxic și carcinogenic) poate fi eliberat în organism în concentrații destul de mari. Studiile inițiale sugerează că răspunsul depinde de mediul local anatomic, teste în salivă artificială au arătat o eliberare de Ni similară pentru aliajele Ni-Ti și oțelul inoxidabil AISI 316L [4]. Pe de altă parte, în fluidele fiziologice simulate, aliajele Ni-Ti eliberează de trei ori mai mult Ni [120].

### **3.4 Influența procesului de deformare plastică la rece asupra structurii, tensiunilor interne și rezistenței la coroziune**

Structura materialelor biocompatibile poate fi modificată prin deformare plastică la rece sau la cald. Deformarea la rece, fără o recoacere după, poate avea două efecte asupra coroziunii metalelor și aliajelor:

- Deformarea la rece crește densitatea dislocațiilor. Acest efect are avantajul creșterii rezistenței materialului, dar este și o cauză a faptului că zonele deformate sunt mai susceptibile la coroziune decât cele nedeformate.
- Modificarea fazelor în structura cristalină. De exemplu, deformarea la rece a oțelului inoxidabil austenitic AISI 304L poate duce la dezvoltarea în unele zone a martensitei, care este o fază dură și face materialul mai susceptibil la coroziunea fisurantă sub tensiune. Acest proces are loc mai puțin la oțelul inoxidabil AISI 316L utilizat în aplicații biomedicale.

Deformarea la rece urmată de o recoacere subcritică îmbunătățește rezistența mecanică și rezistența la oboseală, inclusiv în cazul oțelurilor inoxidabile cu conținut ridicat de azot, fără efecte dăunătoare asupra comportamentului la coroziune în soluții saline [98].

În cadrul tezei s-au analizat oțelul inoxidabil AISI 316L și titanul pur comercial Clasa 2, în diferite stări de deformare plastică la rece prin laminare. Aceste analize au fost efectuate în cadrul *UPT în laboratoarele catedrei SMTT*: deformarea plastică la rece prin laminare și analiza structurală prin difracție de raze X în vederea determinării tensiunilor interne din probele deformate și în *Laboratorul de încercări CIDUCOS – UPT, acreditat RENAR în baza SR EN ISO/ CEI 17025: 2005 [276], certificat de acreditare nr. 477-L*: analizele metalografice.

*Laminorul* pe care s-au efectuat deformările plasice ale platbenzilor din cele două materiale metalice face parte din *Laboratorul de tratamente termice al catedrei SMTT* (figura 3.8), precum și *difractometrul DRON 3* pe care s-au realizat difracțiile de razele X pentru determinarea tensiunilor interne (figura 3.9).



**Figura 3.8** Laminorul pe care s-au realizat deformările platbenzilor



**Figura 3.9** Difractometrul DRON 3

Probele metalografice s-au examinat pe *microscopul optic metalografic Olympus BX51M*.

### 3.4.1 Experiza și diagnoza oțelului inoxidabil AISI 316L deformat plastic la rece prin microscopie și analiză structurală

S-au deformat plastic la rece 4 probe din oțel inoxidabil AISI 316L sub formă de platbandă, de grosime inițială 0,5 mm, cu grade diferite de deformare, iar câte o probă din cele deformate, fiecare cu alt grad de deformare, a fost supusă tratamentului termic de recoacere.

Compoziția chimică a platbenzii în stare inițială, supusă analizelor experimentale, se prezintă în tabelul 3.1.

**Tabelul 3.1** Compoziția chimică a oțelului inoxidabil AISI 316L supus analizelor experimentale

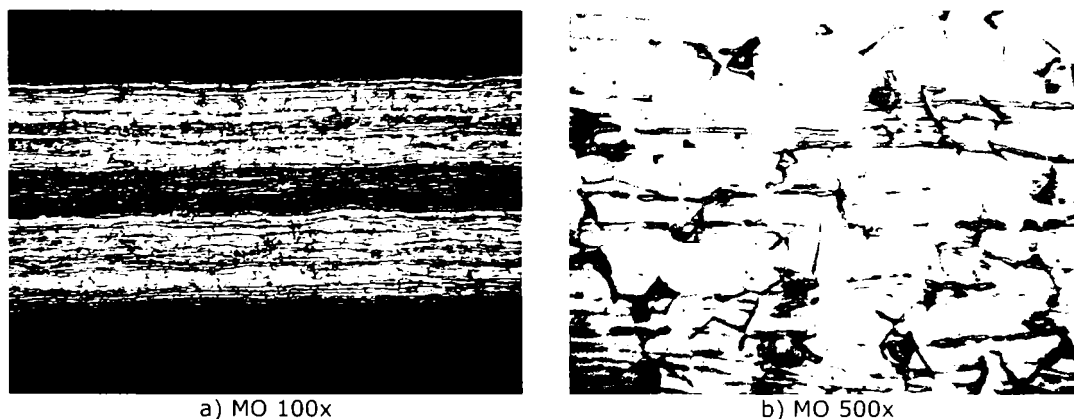
C %	Si %	Mn %	Cr %	Ni %	Mo %	Cu %
0,045	0,336	1,02	17,20	12,53	2,10	0,37
V %	W %	Al %	Nb %	Ti %	Co %	
0,06	< 0,05	< 0,01	< 0,01	< 0,01	0,158	

Platbanda din oțel inoxidabil AISI 316L a fost deformată plastic la rece în mai multe etape, conform tabelului 3.2.

**Tabelul 3.2** Grade de deformare ale oțelului AISI 316L

Etapa (proba)	Grosimea	Gradul de deformare
1	0,5 mm	$\varepsilon = 0\%$
2, 3	0,24 mm	$\varepsilon_1 = 52\%$
4, 5	0,10 mm	$\varepsilon_2 = 80\%$

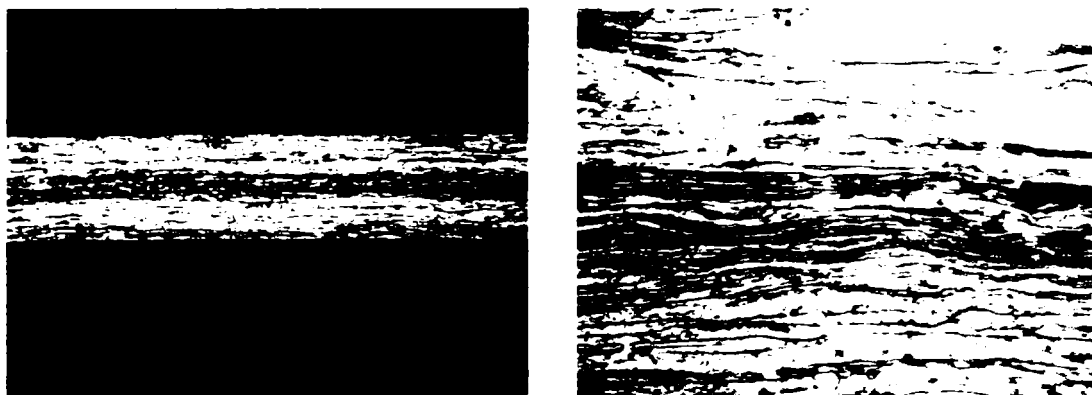
Structurile microscopice ale probelor deformate plastic la rece sunt prezentate în figurile 3.10 – 3.12.



**Figura 3.10** Platbandă de oțel inoxidabil AISI 316L în stare inițială,  $g = 0,5$  mm ( $\varepsilon = 0$ )

Structura inițială a oțelului este de austenită poliedrică, în care se disting șiruri de ferită (figura 3.10). Indicele de granulație este 7, conform SR EN ISO 643: 2003 [275], încadrându-se în cerințele standardului SR ISO 5832-1: 1999 [277]. După deformare plastică, șirurile de ferită devin continue, iar grăunții de austenită

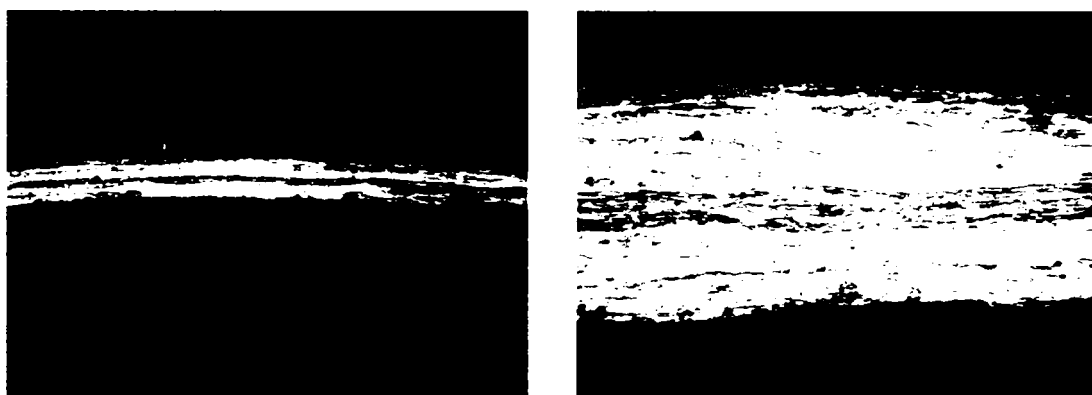
se alungesc (figura 3.11). Alungirea este cu atât mai evidentă, cu cât gradul de deformare este mai mare.



a) MO 100x

b) MO 500x

**Figura 3.11** Platbandă deformată plastic la rece de oțel inoxidabil AISI 316L,  $g_2 = 0,24$  mm ( $\varepsilon_1 = 52\%$ )



a) MO 100x

b) MO 500x

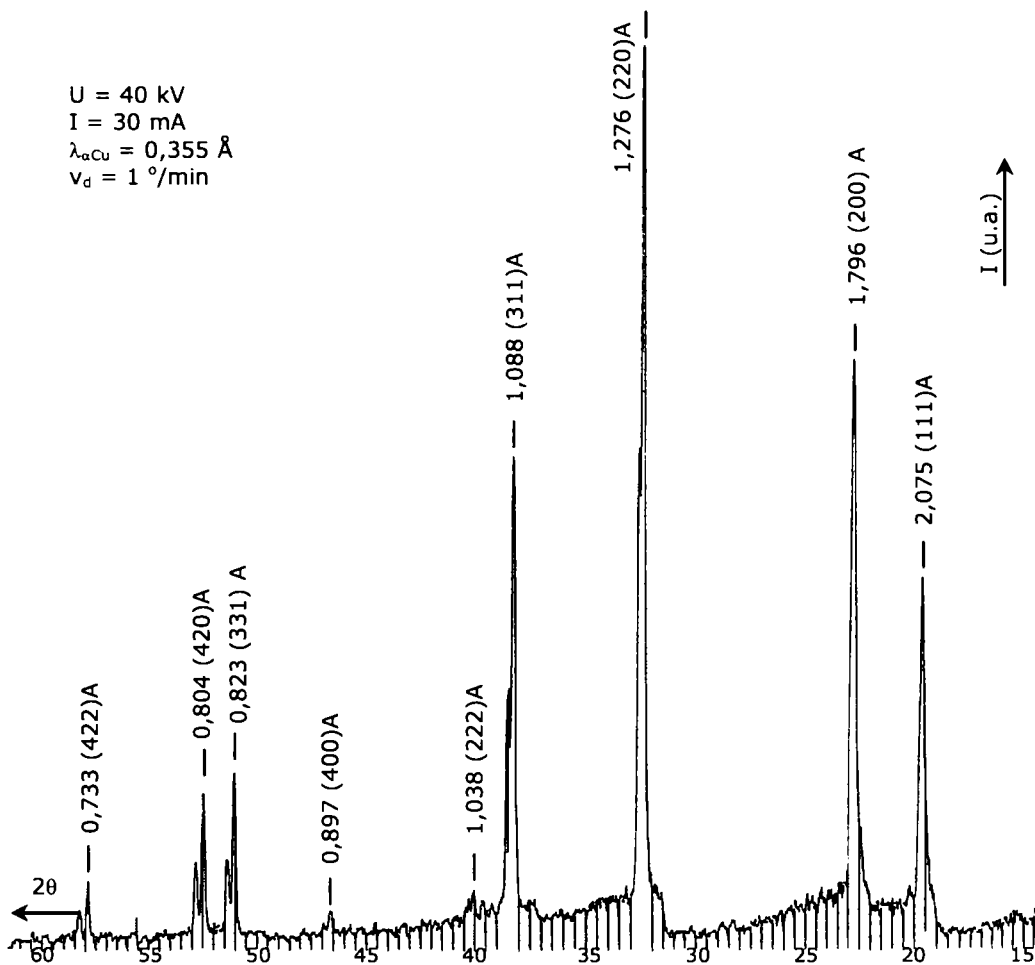
**Figura 3.12** Platbandă deformată plastic la rece de oțel inoxidabil AISI 316L,  $g_2 = 0,10$  mm ( $\varepsilon_2 = 80\%$ )

La grade mari de deformare (figura 3.12), structura materialului devine fibroasă, mai cu seamă în straturile superficiale, alungirea grăunților este relativ neuniformă pe secțiune. Această deformare neuniformă, atât la nivel microscopic, cât și la nivelul grăunților provoacă apariția unor tensiuni interne în material, tensiuni care pot conduce la reducerea rezistenței la coroziune a materialului.

Analiza structurală, efectuată cu scopul evidențierii fazelor constitutive și a nivelului tensiunilor interne, s-a realizat prin difracție de raze X cu *difractometrul DRON 3*, cu radiația Cu cu lungimea de undă  $\lambda_{Cu} = 0,355$  Å, viteza de deplasare a detectorului  $1^\circ/\text{min}$  și parametrii  $U = 40$  kV și  $I = 30$  mA.

S-au ridicat spectrele de difracție pentru probele 1, stare inițială și 4, deformată plastic la rece (grosimea  $g_2 = 0,10$  mm, gradul de deformare  $\varepsilon_2 = 80\%$ ), spectrele de difracție pentru proba 2 (grosimea  $g_1 = 0,24$  mm, gradul de deformare  $\varepsilon_1 = 52\%$ ), deformată plastic la rece fiind asemănătoare cu cele ale probei 4.

Spectrul de difracție pentru proba 1, stare inițială cu grosimea  $g = 0,5$  mm se prezintă în figura 3.13, iar valorile corespunzătoare distanțelor interplanare în tabelul 3.3.



**Figura 3.13** Difractograma platbenzii inițiale de oțel inoxidabil 316L (stare de livrare), cu grosimea  $g = 0,5 \text{ mm}$

**Tabelul 3.3** Distanțele interplanare pentru difractograma din figura 3.13, platbandă de oțel inoxidabil 316L în stare inițială,  $g = 0,5 \text{ mm}$

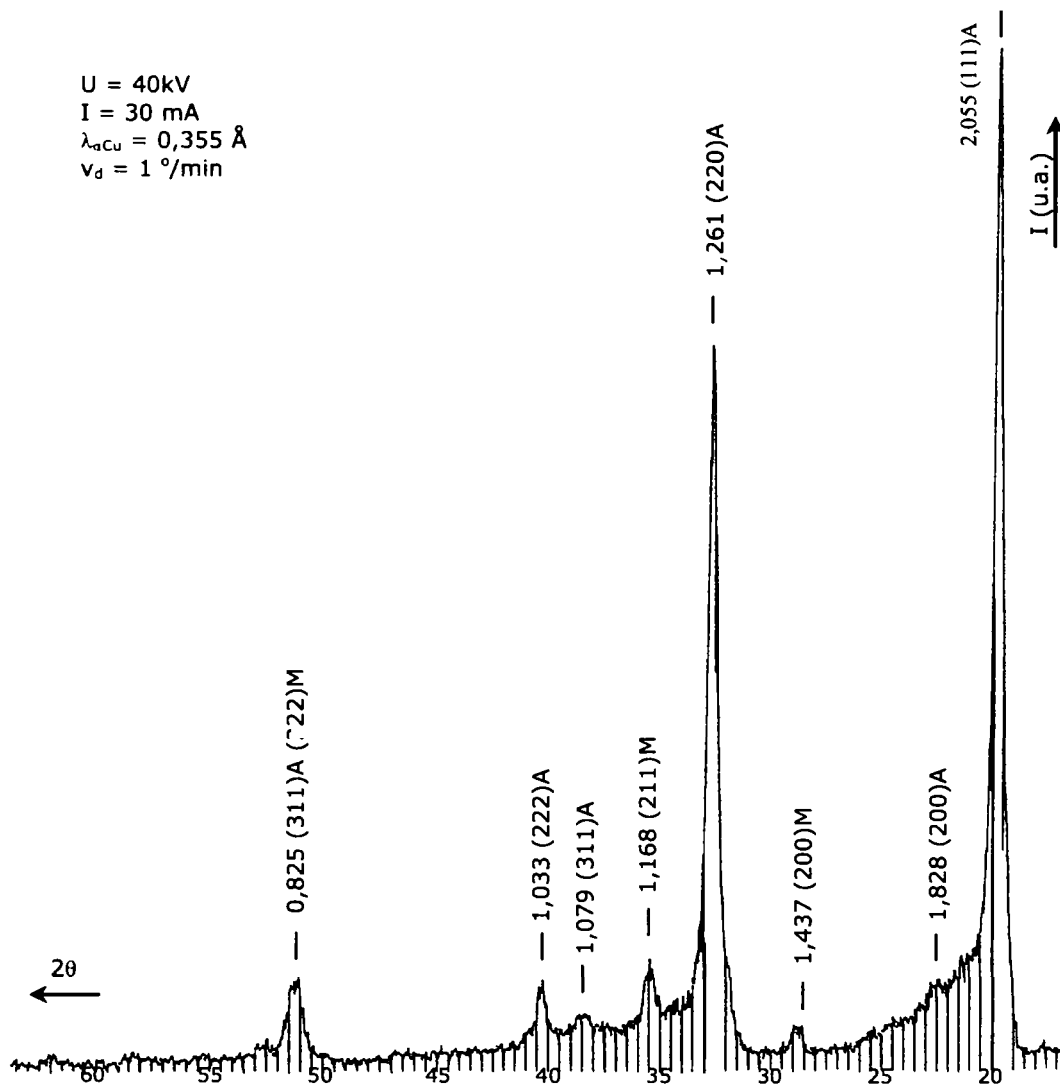
<b>Nr. crt.</b>	<b><math>2\theta</math></b>	<b><math>d \text{ (\AA)}</math></b>	<b><math>(hkl)</math></b>	<b>Faza</b>
1	19,7	2,075	(111)	A
2	22,8	1,796	(200)	A
3	32,3	1,276	(220)	A
4	38,1	1,088	(311)	A
5	40	1,038	(222)	A
6	46,6	0,897	(400)	A
7	51,1	0,823	(331)	A
8	52,4	0,804	(420)	A
9	57,9	0,733	(422)	A

Într-o primă etapă, pe difractograma din figura 3.13 s-au determinat valorile unghiulare ( $2\theta$ ), care corespund maximelor de difracție și distanțele dintre

planele cristalografice ( $d$ ), care au permis determinarea planelor cristalografice ( $hkl$ ) și a fazelor din structură (tabelul 3.3).

Se constată că toate maximele de difracție corespund fazei austenitice (A), ceea ce indică o structură corespunzătoare oțelului AISI 316L.

Spectrul de difracție pentru proba 4, deformată plastic la rece cu grosimea  $g_2 = 0,10$  mm și gradul de deformare  $\varepsilon_2 = 80\%$  se prezintă în figura 3.14, iar valorile corespunzătoare distanțelor interplanare în tabelul 3.4.



**Figura 3.14** Difractograma platbenzii de oțel inoxidabil AISI 316L după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10$  mm

**Tabelul 3.4** Distanțele interplanare pentru difractograma din figura 3.14, platbandă de oțel inoxidabil AISI 316L deformată plastic la rece,  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10$  mm

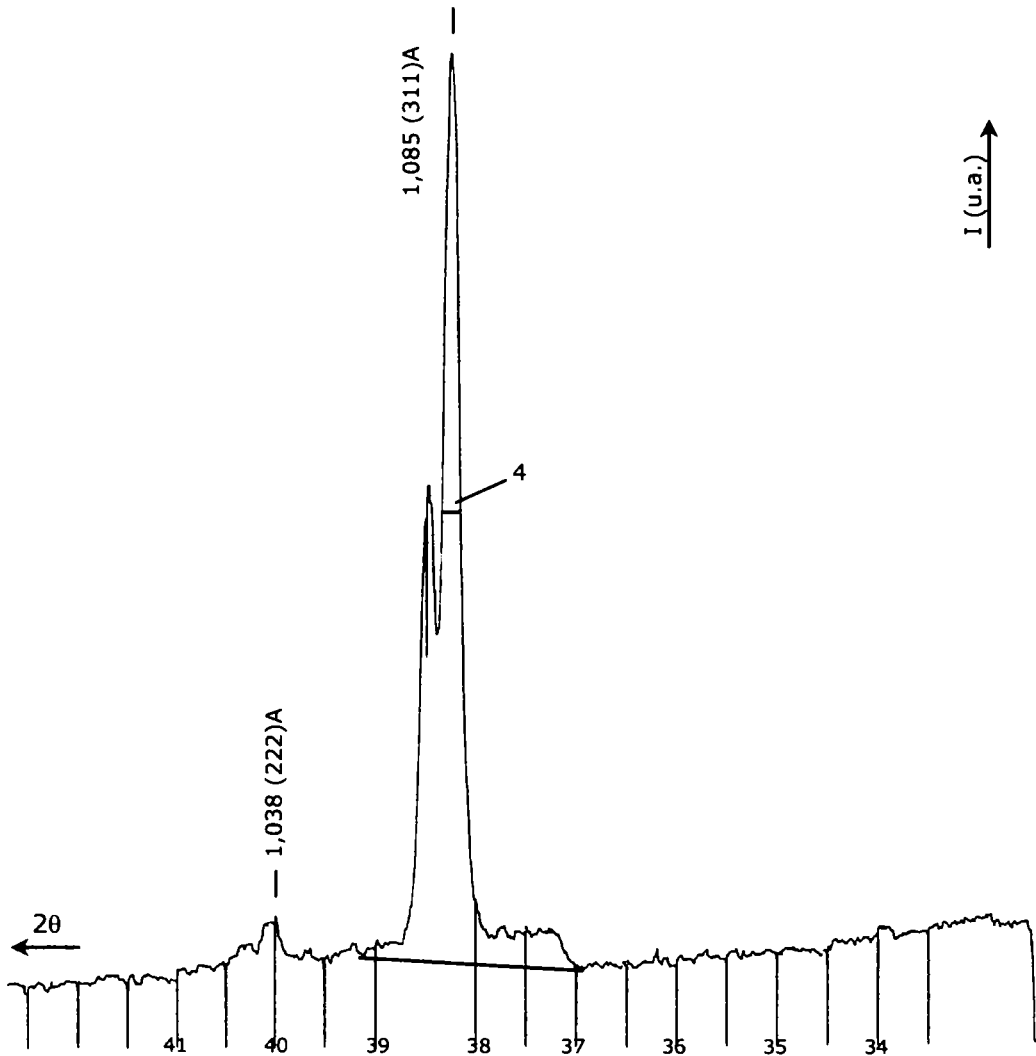
Nr. crt.	$2\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	Faza
1	19,9	2,055	(111)	A
2	22,4	1,828	(200)	A

<b>Nr. crt.</b>	<b><math>2\theta</math></b>	<b><math>d</math> (Å)</b>	<b>(hkl)</b>	<b>Faza</b>
3	28,6	1,437	(200)	M
4	32,7	1,261	(220)	A
5	35,4	1,168	(211)	M
6	38,4	1,079	(311)	A
7	40,2	1,033	(222)	A
8	51	0,825	(311) (222)	A M

Difractograma corespunzătoare materialului deformat (figura 3.14) indică prezența unor maxime determinate anterior pentru faza austenitică, precum și apariția unor maxime noi, care corespund martensitei (M) (tabelul 3.4).

Apariția acestor maxime confirmă transformarea A  $\rightarrow$  M, constatată în cazul oțelurilor inoxidabile austenitice deformate plastic la rece [282], transformare ce poate conduce la creșterea vitezei de coroziune.

Pentru a determina valorile tensiunilor interne s-au ridicat spectrele de difracție pentru proba în stare inițială și pentru probele laminate pe intervalul unghiular  $2\theta = 34^\circ \dots 41^\circ$ , cu viteza de deplasare a detectorului de  $1^\circ/\text{min}$ , în vederea determinării structurii produse în urma deformării plastice la rece [88]. Astfel, spectrul de difracție pentru proba în stare inițială ( $g = 0,5$  mm) se prezintă în figura 3.15, iar în tabelul 3.5 se prezintă distanțele interplanare corespunzătoare. În figura 3.16 și 3.17 se prezintă difractogramele pentru probele deformate plastic la rece ( $\varepsilon_1 = 52\%$ ,  $g_2 = 0,24$  mm, respectiv  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10$  mm), iar în tabelele 3.6 și 3.7 se prezintă distanțele interplanare corespunzătoare celor două difractograme.

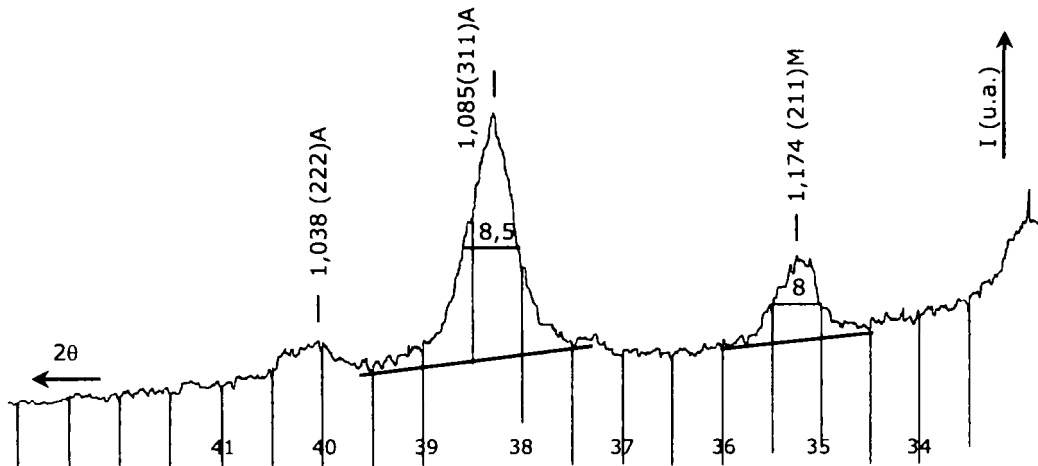


**Figura 3.15** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii inițiale de oțel inoxidabil AISI 316L (stare de livrare), cu grosimea  $g = 0,5$  mm

**Tabelul 3.5** Distanțele interplanare pentru difractograma din figura 3.15, platbandă de oțel inoxidabil AISI 316L în stare inițială,  $g = 0,5$  mm

<i>Nr. crt.</i>	$2\theta$	$d$ (Å)	$(hkl)$	Faza	$B$ (mm)
1	38,2	1,085	(311)	A	4
2	40	1,038	(222)	A	

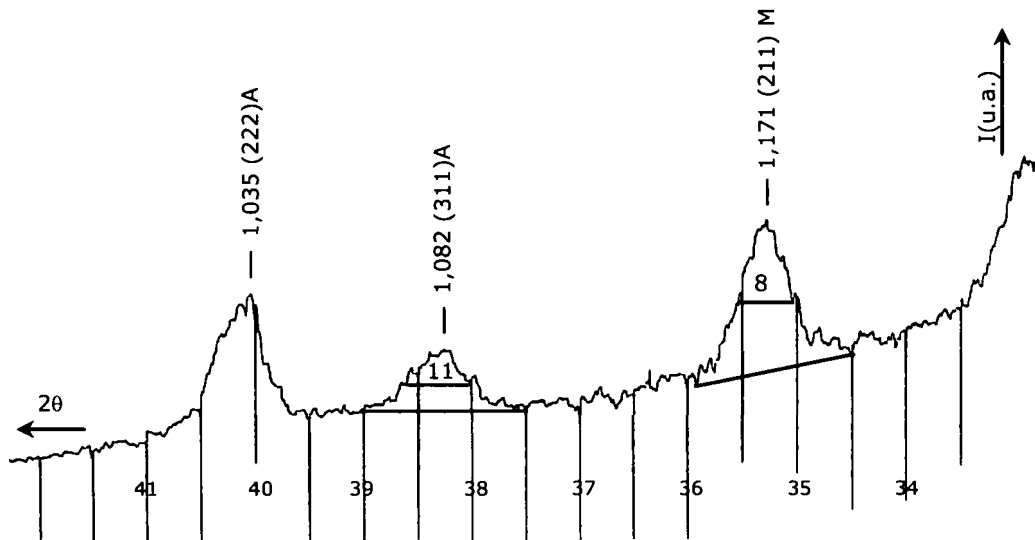




**Figura 3.16** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii de oțel inoxidabil AISI 316L după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_1 = 52\%$ ,  $g_2 = 0,24$  mm

**Tabelul 3.6** Distanțele interplanare pentru difractograma din figura 3.16, platbandă de oțel inoxidabil AISI 316L deformată plastic la rece,  $\varepsilon_1 = 52\%$ ,  $g_2 = 0,24$  mm

Nr. crt.	$2\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	Faza	B (mm)
1	35,2	1,174	(211)	M	8
2	38,2	1,085	(311)	A	8,5
3	40,1	1,035	(222)	A	



**Figura 3.17** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii de oțel inoxidabil AISI 316L după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10$  mm

**Tabelul 3.7** Distanțele interplanare pentru difractograma din figura 3.17, platbandă de oțel inoxidabil AISI 316L deformată plastic la rece,  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10$  mm

Nr. crt	$2\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	Faza	B (mm)
1	35,3	1,171	(211)	M	8

<i>Nr. crt</i>	$2\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	Faza	$B$ (mm)
2	38,3	1,082	(311)	A	11
3	40,1	1,035	(222)	A	

Analiza comparativă a celor 3 difractograme evidențiază creșterea considerabilă a lățimii  $B$  a maximului ce corespunde planului cristalografic (311) al austenitei, pe măsura creșterii gradului de deformare. Lățimea  $B_0$  în starea inițială a materialului este de 4 mm (figura 3.15). Se observă totodată și creșterea suprafeței maximelor ce corespund martensitei (transformarea unei proporții mai mari de austenită în martensită) la grade mari de deformare ( $\varepsilon_2 = 80\%$ ).

Pe baza maximelor determinate din tabelele 3.6 și 3.7, corespunzătoare gradelor de deformare  $\varepsilon_1 = 52\%$  și  $\varepsilon_2 = 80\%$ , s-au determinat valorile tensiunilor reziduale, folosind relația 3.2 [106]:

$$\sigma = \frac{\sqrt{B^2 - B_0^2}}{4\alpha \cdot R \cdot \operatorname{tg}\theta} \cdot \cos^2\theta \cdot \frac{E}{\nu} \quad [\text{N/mm}^2] \quad (3.2)$$

unde:

- $B_0$  – lățimea maximului analizat în stare inițială, mm;
- $B$  – lățimea maximului analizat după deformare, mm;
- $E$  – modulul de elasticitate al materialului, Pa;
- $\nu$  – coeficientul lui Poisson al materialului;
- $\alpha = 160$ , raportul dintre viteza hârtiei și viteza detectorului;
- $\theta$  – unghiul lui Bragg;
- $R = 19,2$  mm, distanța dintre probă și detector.

Astfel, valorile determinate, luând în considerare următoarele proprietăți de material:  $E_{316L} = 1,96 \times 10^{11}$  Pa,  $\nu = 0,3$ , sunt:

- pentru gradul de deformare  $\varepsilon_1 = 52\%$  tensiunile reziduale de ordinul II ( $B_0 = 4$  mm,  $B = 8,5$  mm):  
 $\sigma_1 = 200$  N/mm<sup>2</sup>;
- pentru gradul de deformare  $\varepsilon_2 = 80\%$  tensiunile reziduale de ordinul II ( $B_0 = 4$  mm,  $B = 11$  mm):  
 $\sigma_2 = 600$  N/mm<sup>2</sup>.

Apariția tensiunilor interne din materialul deformat impune aplicarea unui tratament termic pentru reducerea nivelului acestor tensiuni. În acest scop, după laminare, probele au fost supuse tratamentului de recoacere, în tabelul 3.8 prezentându-se parametrii pentru tratamentul termic.

**Tabelul 3.8** Parametri tratamentului termic de recoacere pentru platbenzile din oțel inoxidabil AISI 316L, laminate

<i>Proba/ grad deformare</i>	<i>Temperatura, °C</i>	<i>Timpul, min</i>	<i>Mediul</i>
2, 3/ $\varepsilon_1 = 52\%$	700	20	vid, $10^{-6}$ torr
4, 5/ $\varepsilon_2 = 80\%$		25	

În figurile 3.18 și 3.19 se prezintă microstructurile probelor după tratamentul de recoacere.

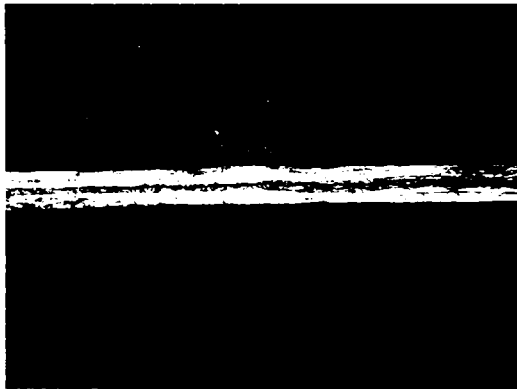


a) MO 100x

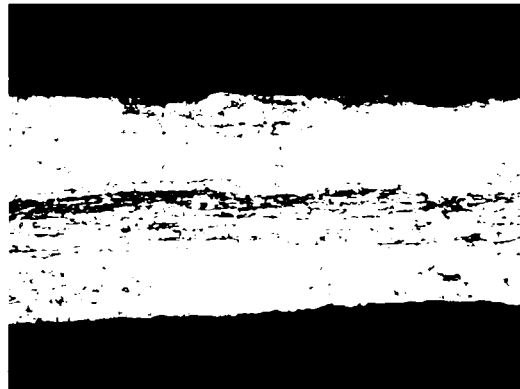


b) MO 500x

**Figura 3.18** Platbandă deformată plastic la rece din oțel inoxidabil AISI 316L,  $g_2 = 0,24$  mm ( $\epsilon_1 = 52\%$ ), recoaptă



a) MO 100x



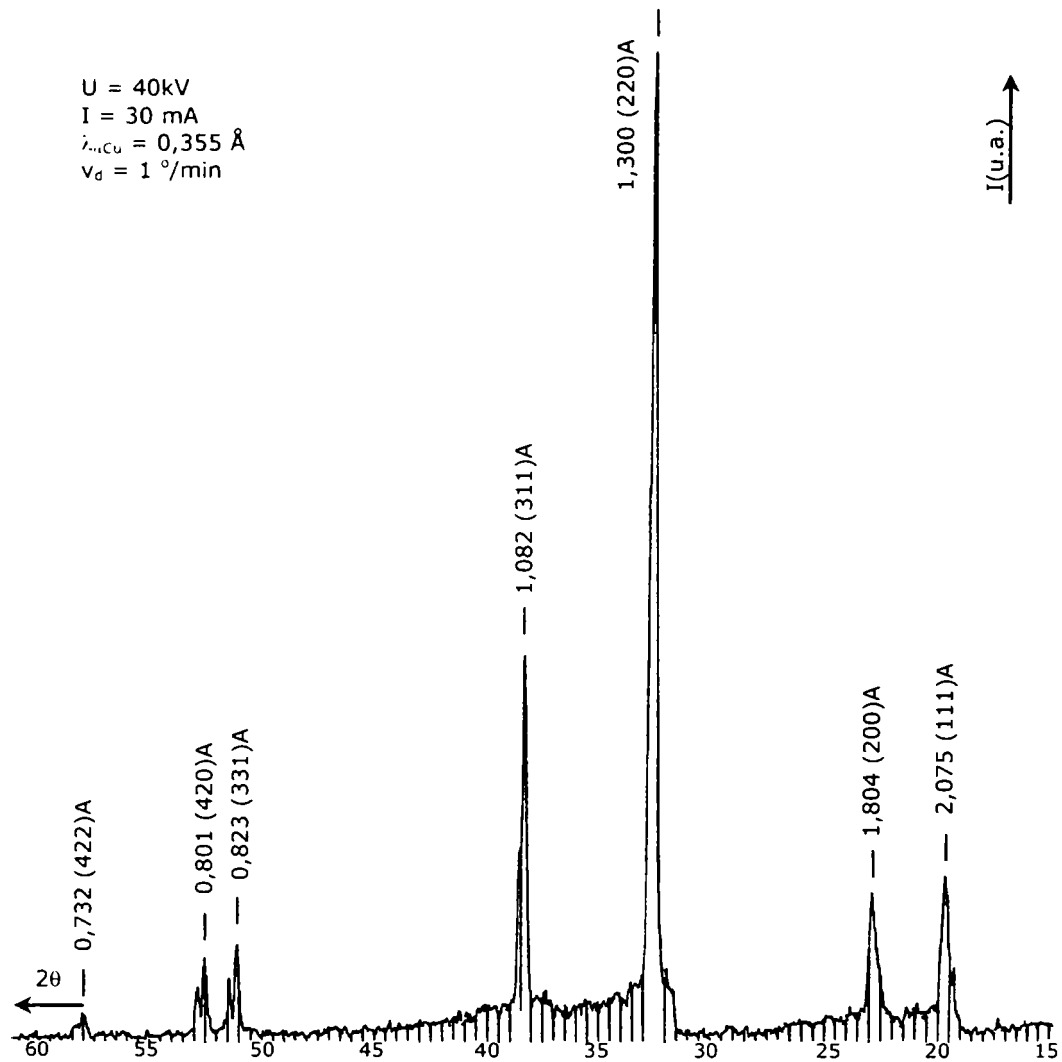
b) MO 500x

**Figura 3.19** Platbandă deformată plastic la rece din oțel inoxidabil AISI 316L,  $g_2 = 0,10$  mm ( $\epsilon_2 = 80\%$ ), recoaptă

Se observă că recoacerea are ca efect refacerea grăunților de austenită, care au formă poliedrică și dimensiuni reduse. Șirurile de ferită se păstrează, deși, în interiorul lor începe și poligonizarea feritei. Dimensiunea grăunților de austenită recristalizați este cu atât mai redusă, cu cât gradul de deformare este mai mare: indicele de granulație la gradul de deformare  $\epsilon_1 = 52\%$  este de 10-11, conform SR EN ISO 643: 2003 [275], respectiv indicele de granulație la gradul de deformare  $\epsilon_2 = 80\%$  este de 11-12, SR EN ISO 643: 2003 [275].

În vederea expertizării structurii probelor după tratamentul de recoacere, s-au ridicat spectrele de difracție pentru probele recoapte.

În figura 3.20 se prezintă spectrul de difracție pentru proba 5 recoaptă, iar în tabelul 3.9 se prezintă distanțele interplanare pentru difractograma din figura corespunzătoare.



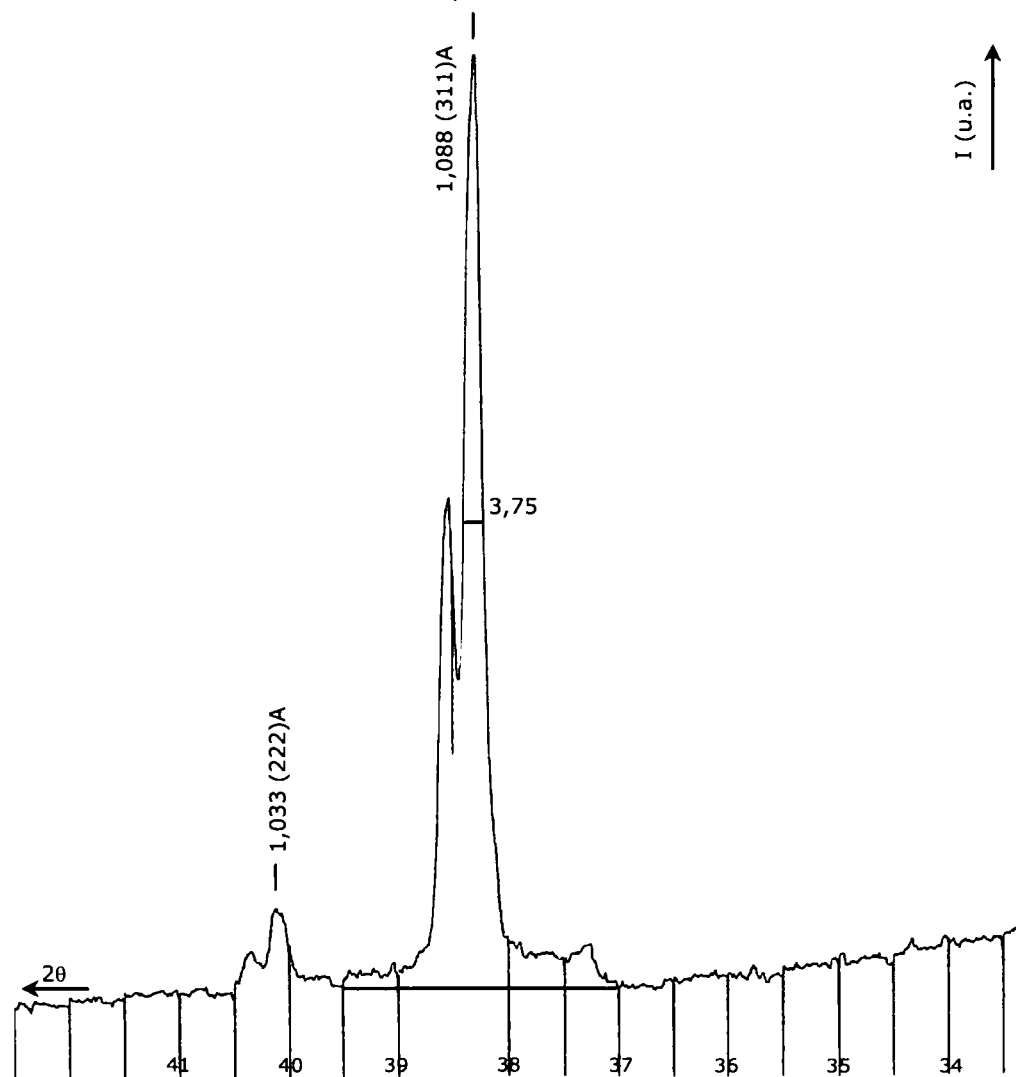
**Figura 3.20** Difractograma platbenzii de oțel inoxidabil AISI 316L după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10\text{ mm}$  și recoaptă la  $T = 700\text{ }^\circ\text{C}$  timp de 20 min

**Tabelul 3.9** Distanțele interplanare pentru difractograma din figura 3.20, platbandă de oțel inoxidabil AISI 316L deformată plastic la rece,  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10\text{ mm}$  și recoaptă la  $T = 700\text{ }^\circ\text{C}$  timp de 20 min

Nr. crt.	$2\theta$	$d\text{ (\AA)}$	$(hkl)$	Faza
1	19,7	2,075	(422)	A
2	22,7	1,804	(420)	A
3	31,7	1,300	(331)	A
4	38,3	1,082	(311)	A
5	51,1	0,823	(220)	A
6	52,6	0,801	(200)	A
7	58	0,732	(111)	A

Recoacerea la temperatura de 700 °C timp de 20 min conduce la modificarea difractogramei, care tinde spre aspectul inițial caracteristic unei structuri de echilibru. Se evidențiază o serie de maxime, care anterior au fost estompate ca urmare a deformării plastice (200)A, (331)A, (420)A și dispar maximele specifice martensitei formate prin deformare plastică la rece a austenitei (200)M, (211)M, (222)M.

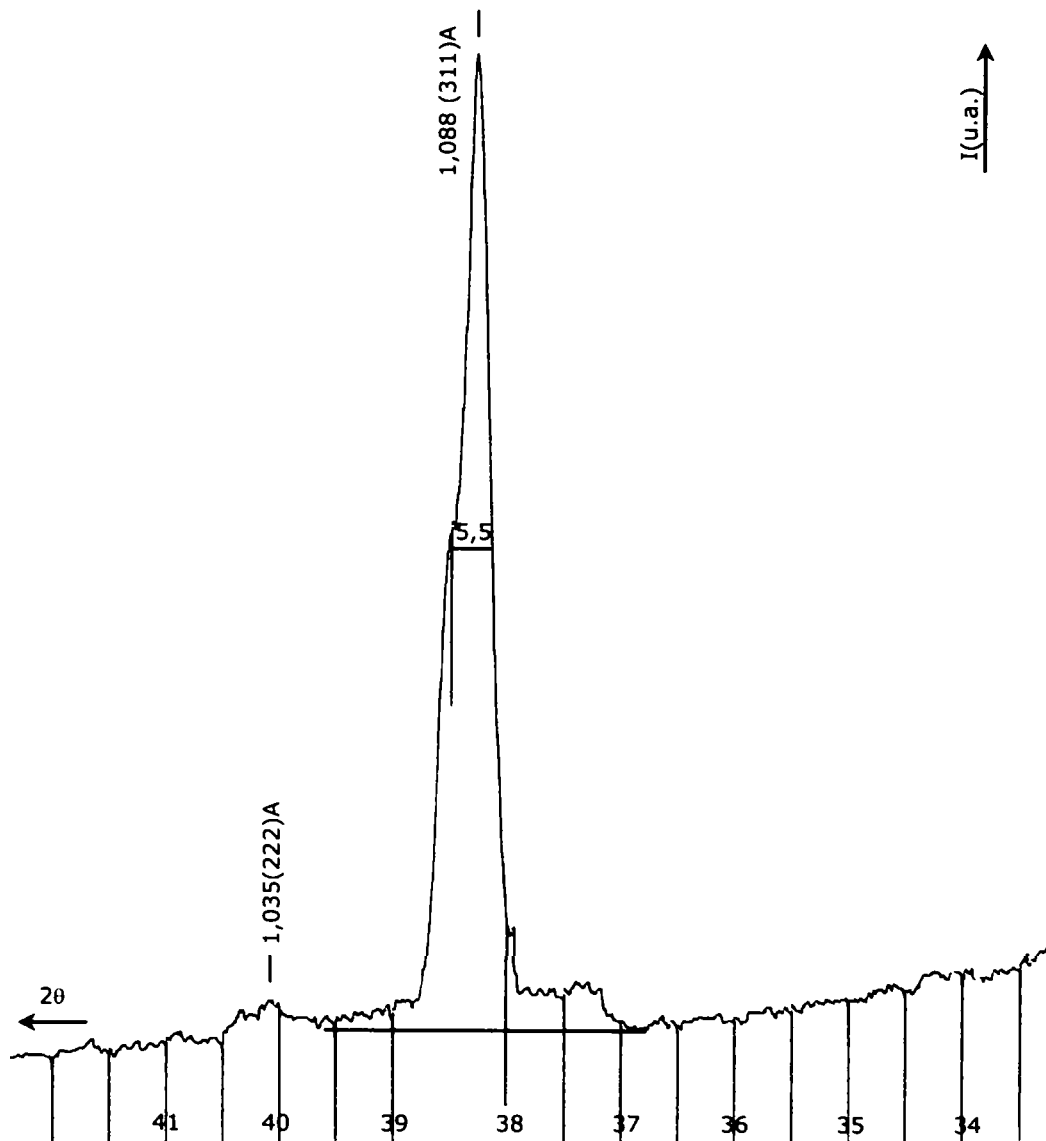
În vederea determinării valorilor tensiunilor interne s-au ridicat spectrele de difracție pentru probele recoapte pe intervalul unghiular  $2\theta = 34^\circ \dots 41^\circ$ , cu viteza de deplasare a detectorului de  $1^\circ/\text{min}$ , aceste spectre fiind prezentate în figura 3.21 cu distanțele interplanare corespunzătoare prezentate în tabelul 3.10 (proba recoaptă cu grad deformare  $\varepsilon_1 = 52\%$  și  $g_1 = 0,24 \text{ mm}$ ), respectiv în figura 3.22 cu distanțele interplanare corespunzătoare prezentate în tabelul 3.11 (proba recoaptă cu grad deformare  $\varepsilon_2 = 80\%$  și  $g_2 = 0,24 \text{ mm}$ ).



**Figura 3.21** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii de oțel inoxidabil AISI 316L după deformare plastică la rece și recoacere,  $\varepsilon_1 = 52\%$ ,  $g_1 = 0,24 \text{ mm}$

**Tabelul 3.10** Distanțele interplanare pentru difractograma din figura 3.21, platbandă de oțel inoxidabil AISI 316L deformată plastic la rece și recoaptă,  $\varepsilon_1 = 52\%$ ,  $g_2 = 0,24$  mm

Nr. crt.	$2\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	Faza	B (mm)
1	38,1	1,088	(222)	A	
2	40,2	1,033	(311)	A	3,75

**Figura 3.22** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii de oțel inoxidabil AISI 316L după deformare plastică la rece și recoacere,  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10$  mm**Tabelul 3.11** Distanțele interplanare pentru difractograma din figura 3.22, platbandă de oțel inoxidabil AISI 316L deformată plastic la rece și recoaptă,  $\varepsilon_2 = 80\%$ ,  $g_2 = 0,10$  mm

Nr. crt	$2\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	Faza	B (mm)
1	38,1	1,088	(222)	A	
2	40,1	1,035	(311)	A	5,5

Analiza difractogramelor din figurile 3.21 și 3.22 indică o scădere a lățimii B corespunzătoare maximului de difracție (311)A de la 11 la 3,75 mm pentru gradul de deformare  $\varepsilon_1 = 52\%$ , ceea ce înseamnă o reducere a nivelului tensiunilor de ordinul II. La un grad mai mare de deformare,  $\varepsilon_2 = 80\%$ , lățimea B este mai mare după recoacere, de 5,5 mm, ceea ce înseamnă că nivelul tensiunilor a rămas mai ridicat.

### **Concluzii**

În urma expertizei prin difracție de raze X a stărilor structurale ale probelor din oțelul inoxidabil AISI 316L, se constată următoarele:

- Starea inițială obținută în urma tratamentului termic de călire de punere în soluție este monofazică, fiind formată din austenită.
- Prin deformare plastică la rece, structura devine bifazică, o parte din austenită se transformă în martensită. Odată cu gradul de deformare, crește și starea de tensiune a austenitei reziduale, precum și cantitatea de martensită formată [26], [85], [86]. Astfel, la creșterea gradului de deformare de la  $\varepsilon_1 = 52\%$  la  $\varepsilon_2 = 80\%$ , tensiunile reziduale de ordinul II cresc de la  $\sigma_1 = 200 \text{ N/mm}^2$  la  $\sigma_2 = 600 \text{ N/mm}^2$ . Concomitent cu creșterea stării de tensiune a austenitei, crește cantitatea de martensită de la  $M_1 = 30\%$  la  $M_2 = 87\%$ , iar cantitatea de austenită scade de la  $A_1 = 70\%$  la  $A_2 = 13\%$ .
- Pentru înlăturarea structurii bifazice și a tensiunilor interne a probelor deformate plastic la rece se impune aplicarea unui tratament termic de recoacere sau de călire de punere în soluție. În cazul tratamentului termic de recoacere aplicat la  $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$  timp de 20 min, respectiv 25 min, se constată formarea unei singure faze, austenita și înlăturarea tensiunilor interne. Astfel, pentru timpul de recoacere,  $t = 20 \text{ min}$ , pentru  $\varepsilon = 52\%$ , lățimea B a liniei (311)A revine la valoarea inițială, iar pentru timpul de recoacere,  $t = 25 \text{ min}$ , pentru  $\varepsilon = 80\%$ , lățimea B a liniei (311)A tinde către valoarea inițială de 4 mm.

În urma analizelor structurale efectuate, rezultă că, pentru implantele obținute prin deformare plastică la rece din oțelul AISI 316L, se impune ca, pentru omogenizarea structurală și înlăturarea tensiunilor interne, să se aplice fie un tratament termic de recoacere, fie un tratament chiar mai adecvat, de călire de punere în soluție în atmosferă de Ar, la  $1070 \text{ }^\circ\text{C}$ .

### **3.4.2 Expertiza și diagnoza titanului pur deformat plastic la rece prin microscopie și analiză structurală**

S-au deformat plastic la rece 6 probe din titan pur comercial Clasa 2 sub formă de platbandă, de grosime inițială 1,5 mm, cu grade diferite de deformare, câte o probă din cele deformate, fiecare cu alt grad de deformare, fiind supusă tratamentului termic de recoacere [37].

Compoziția chimică a platbenzii în stare inițială supusă analizelor experimentale se prezintă în tabelul 3.12.

**Tabelul 3.12** Compoziția chimică a platbenzii de Ti CP Clasa 2 supusă analizelor experimentale

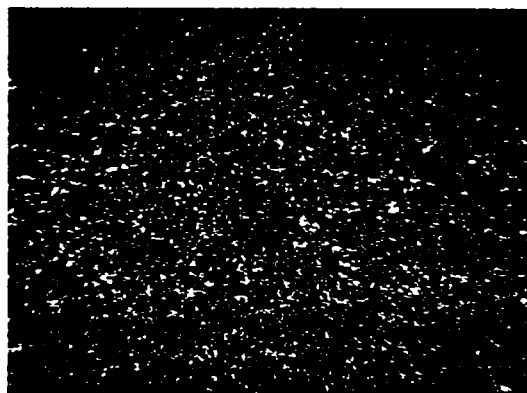
<b>Si %</b>	<b>Mn %</b>	<b>Cr %</b>	<b>Ni %</b>	<b>Mo %</b>	<b>Al %</b>	<b>Cu %</b>
0,15	0,09	0,05	<0,01	<0,03	0,39	0,32
<b>V %</b>	<b>W %</b>	<b>Zr %</b>	<b>Nb %</b>	<b>Sn %</b>	<b>Fe %</b>	
< 0,15	> 0,73	0,01	0,03	1,13	0,10	-

Platbanda din titan a fost deformată plastic la rece în mai multe etape, conform tabelului 3.13.

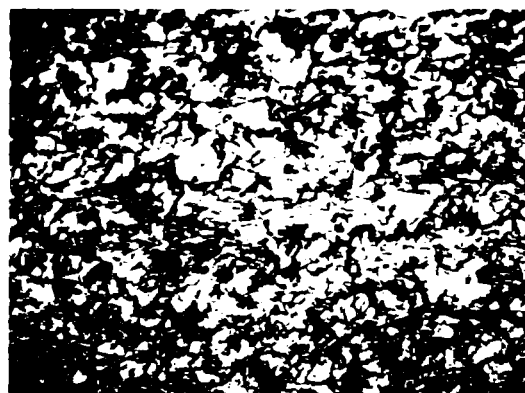
**Tabelul 3.13** Grade de deformare ale titanului

<b>Etapa (proba)</b>	<b>Grosimea</b>	<b>Gradul de deformare</b>
1	1,5 mm	$\varepsilon = 0\%$
2, 3	0,75 mm	$\varepsilon_1 = 50\%$
4, 5	0,36 mm	$\varepsilon_2 = 76\%$
6, 7	0,19 mm	$\varepsilon_3 = 87,33\%$

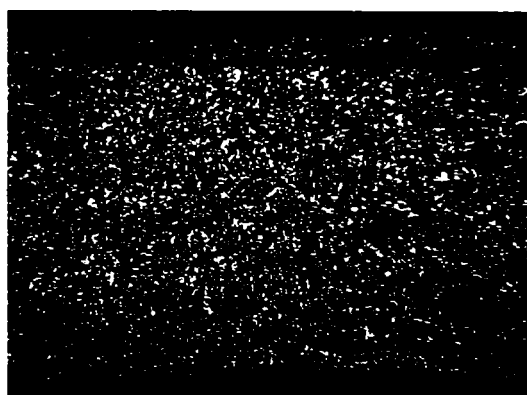
Structurile microscopice ale probelor deformate plastic la rece sunt prezentate în figurile 3.23 – 3.26.



a) MO 100x



b) MO 500x

**Figura 3.23** Platbandă de titan în stare inițială,  $g = 1,5$  mm

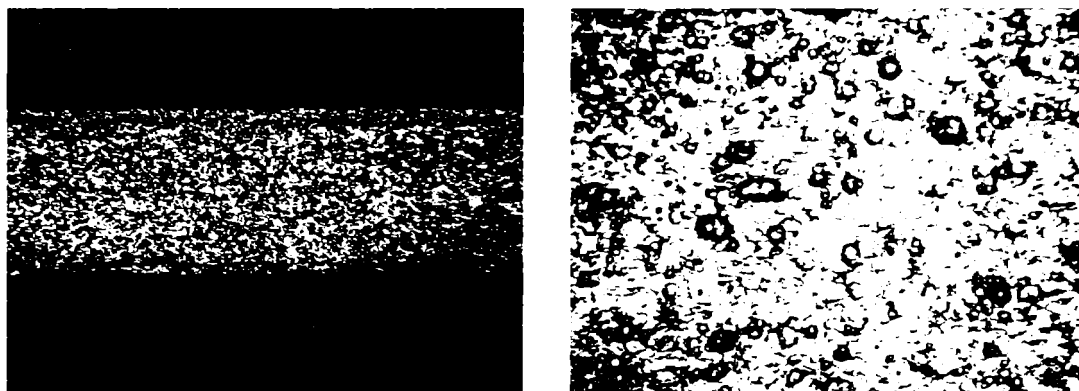
a) MO 100x



b) MO 500x

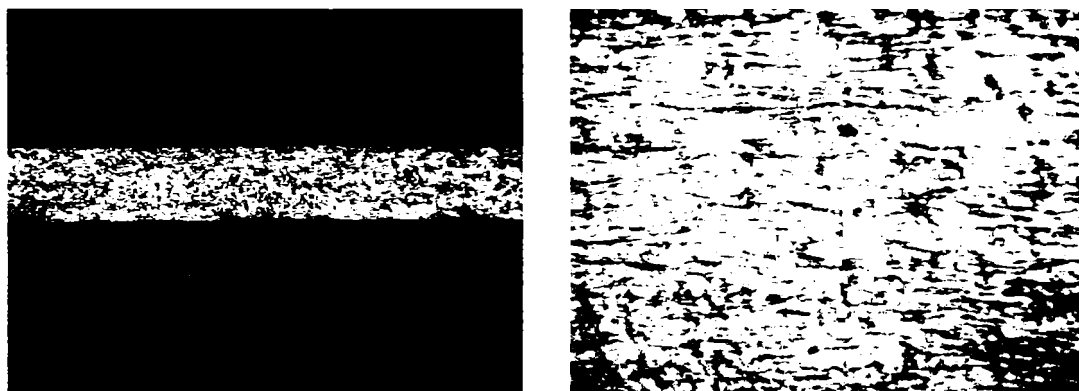
**Figura 3.24** Platbandă deformată plastic la rece din titan,  $g_1 = 0,75$  mm ( $\varepsilon_1 = 50\%$ )





a) MO 100x

b) MO 500x

**Figura 3.25** Platbandă deformată plastic la rece de titan,  $g_2 = 0,36$  mm ( $\varepsilon_2 = 76\%$ )

a) MO 100x

b) MO 500x

**Figura 3.26** Platbandă deformată plastic la rece de titan,  $g_3 = 0,19$  mm ( $\varepsilon_3 = 87,33\%$ )

Structura inițială a titanului este de fază  $\alpha$  poliedrică, cu precipitări de compuși în proporție redusă (figura 3.23). Indicele de granulație este 9, conform SR 10013: 1995 [245], încadrându-se în cerințele standardului SR ISO 5832-2: 1999 [278]. Deformarea plastică are ca efect deformarea grăunților de  $\alpha$  în toate cele 3 etape de deformare (figurile 3.24 – 3.26). Compușii duri își păstrează integritatea în primele etape ale deformării (figurile 3.24 și 3.25). La creșterea gradului de deformare structura devine fibroasă cu grăunți alungiți, iar compușii se fărâmițează (figura 3.26) [7], provocând creșterea tensiunilor interne în material.

Pentru expetiza strucurală, în scopul evidențierii fazelor constitutive și a nivelului tensiunilor interne, probele s-au analizat prin difracție cu raze X cu difractometrul DRON 3, cu radiația Mo cu lungimea de undă  $\lambda_{\text{CuMo}} = 0,77$  Å, viteza de deplasare a detectorului 1 °/min și parametri  $U = 40$  kV și  $I = 30$  mA.

S-au ridicat spectre de difracție pentru probele 1, stare inițială și 2 ( $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75$  mm), 4 ( $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36$  mm) și 6 ( $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm) deformatate plastic la rece.

Spectrul de difracție pentru proba 1, stare inițială cu grosimea  $g = 1,5$  mm se prezintă în figura 3.27, iar valorile corespunzătoare distanțelor interplanare în tabelul 3.14.

Pe difractograma din figura 3.27 s-au determinat valorile unghiulare ( $2\theta$ ), care corespund maximelor de difracție și distanțele  $d$  dintre planele cristalografice,

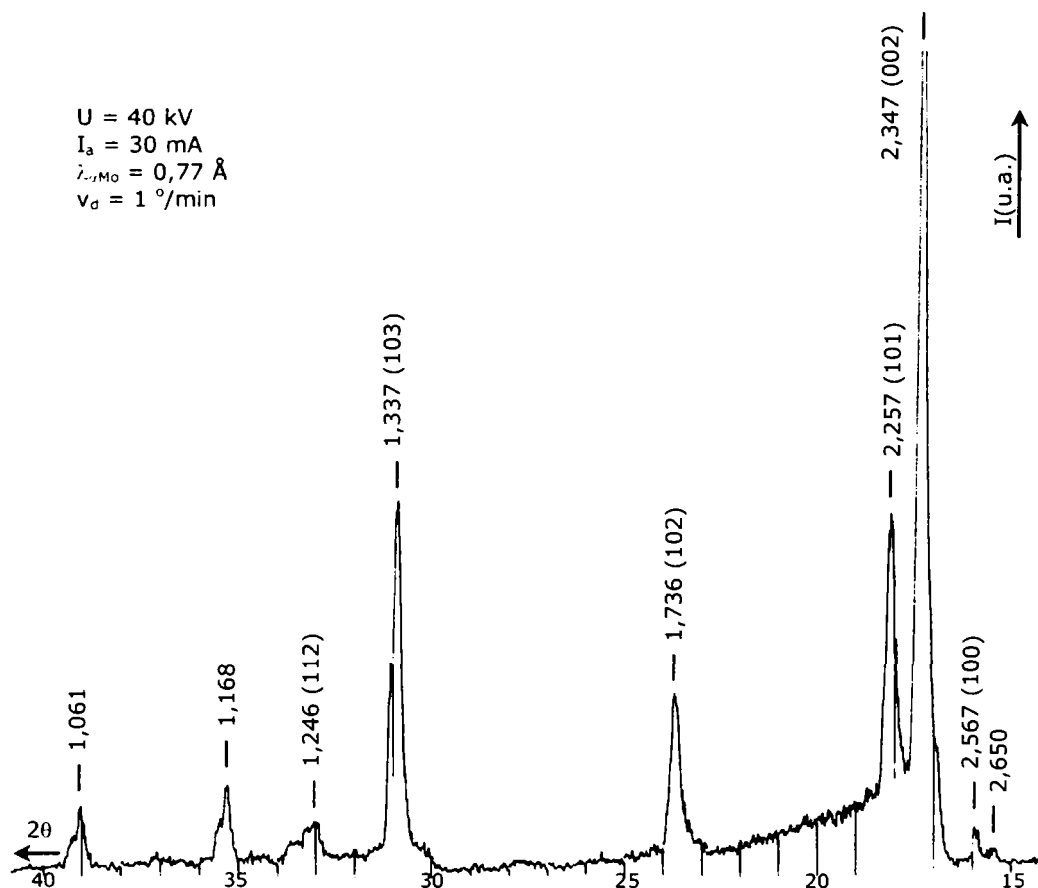
care au permis determinarea indicilor Miller ai planelor cristalografice (hkl) și a fazelor din structură (tabelul 3.14).

Se constată că toate maximele de difracție corespund fazei  $Ti_{\alpha}$ , ceea ce indică o structură corespunzătoare titanului pur comercial Clasa 2.

Spectrele de difracție pentru probele deformate plastic la rece: 2 ( $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75$  mm), 4 ( $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36$  mm) și 6 ( $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm), se prezintă în figurile 3.28 – 3.30, iar valorile corespunzătoare distanțelor interplanare pentru aceste difractograme se prezintă în tabelele 3.15 – 3.17.

Din analiza difractogramelor din figurile 3.28 – 3.30 se poate constata faptul că maximele cele mai intense sunt cele caracteristice fazei  $Ti_{\alpha}$ , care este majoritară și specifică structurii inițiale.

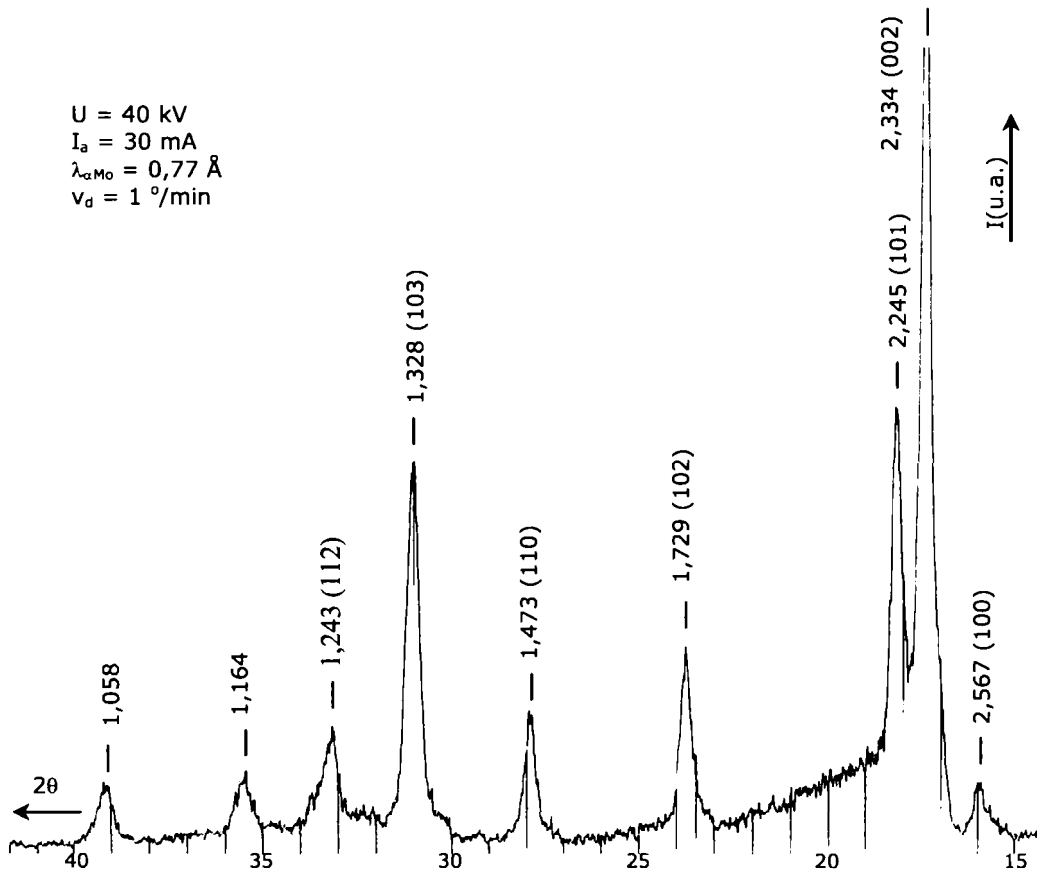
În toate stările analizate, materialul mai conține și alte faze (evidențiate și prin analiză metalografică), respectiv compuși ai titanului, care nu se transformă în timpul deformării plastice cu grade mici de deformare ( $\varepsilon_1 = 50\%$  corespunzător  $g_1 = 0,75$  mm și  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36$  mm). La grade mari de deformare ( $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm) și în interiorul acestor compuși iau naștere tensiuni interne mari, care conduc la deplasarea maximelor de difracție (de la  $35,4^\circ$  la  $35,6^\circ$  și respectiv de la  $39,1^\circ$  la  $39,2^\circ$ ).



**Figura 3.27** Difractograma platbenzii inițiale de Ti (stare de livrare), cu grosimea  $g = 1,5$  mm

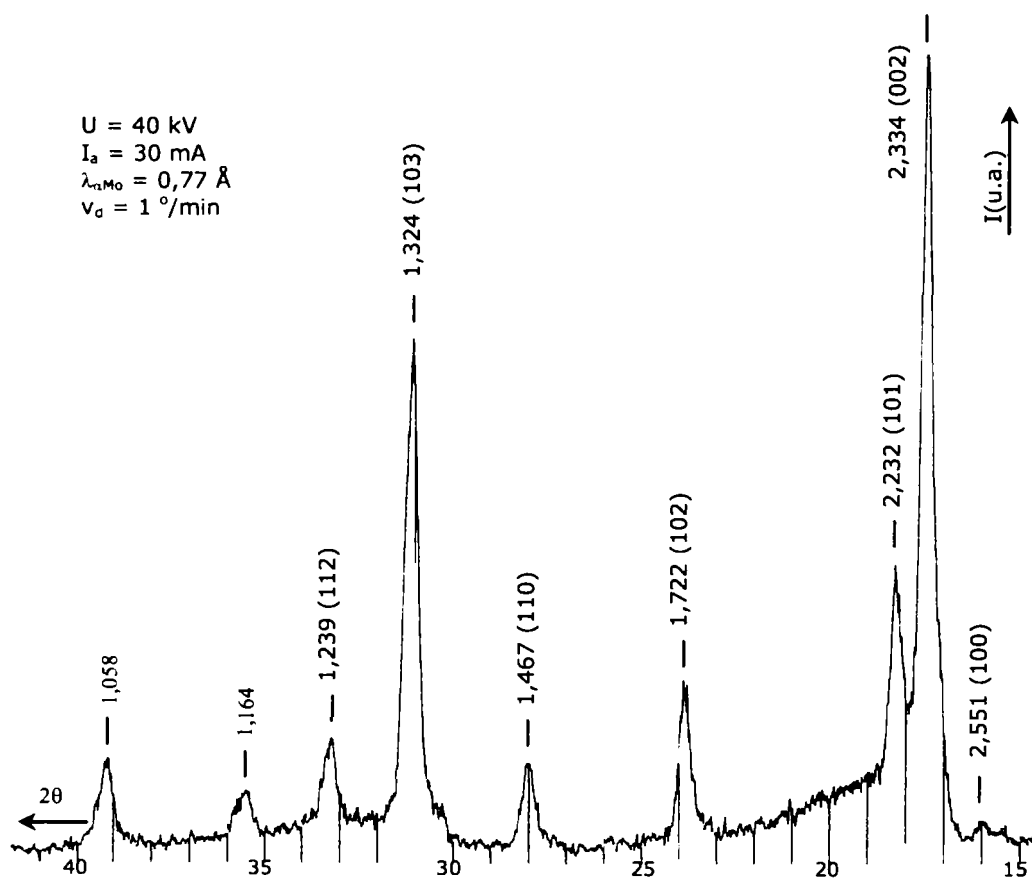
**Tabelul 3.14** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.27, platbandă de Ti în stare inițială,  $g = 1,5$  mm

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{Å})$	(hkl)	Faza
1	15,4	7,7	2,650		
2	15,9	7,95	2,567	(100)	Ti <sub>a</sub>
3	17,4	8,7	2,347	(002)	Ti <sub>a</sub>
4	18,1	9,05	2,257	(101)	Ti <sub>a</sub>
5	23,6	11,8	1,736	(102)	Ti <sub>a</sub>
6	30,8	15,4	1,337	(103)	Ti <sub>a</sub>
7	33,1	16,55	1,246	(112)	Ti <sub>a</sub>
8	35,4	17,7	1,168		
9	39,1	19,55	1,061		

**Figura 3.28** Difractograma platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75$  mm**Tabelul 3.15** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.28, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75$  mm

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{Å})$	(hkl)	Faza
1	15,9	7,95	2,567	(100)	Ti <sub>a</sub>

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{Å})$	$(hkl)$	Faza
2	17,5	8,75	2,334	(002)	Ti $_{\alpha}$
3	18,2	9,1	2,245	(101)	Ti $_{\alpha}$
4	23,7	11,85	1,729	(102)	Ti $_{\alpha}$
5	27,9	13,95	1,473	(110)	Ti $_{\alpha}$
6	31	15,5	1,328	(103)	Ti $_{\alpha}$
7	33,2	16,6	1,243	(112)	Ti $_{\alpha}$
8	35,5	17,75	1,164		
9	39,2	19,6	1,058		

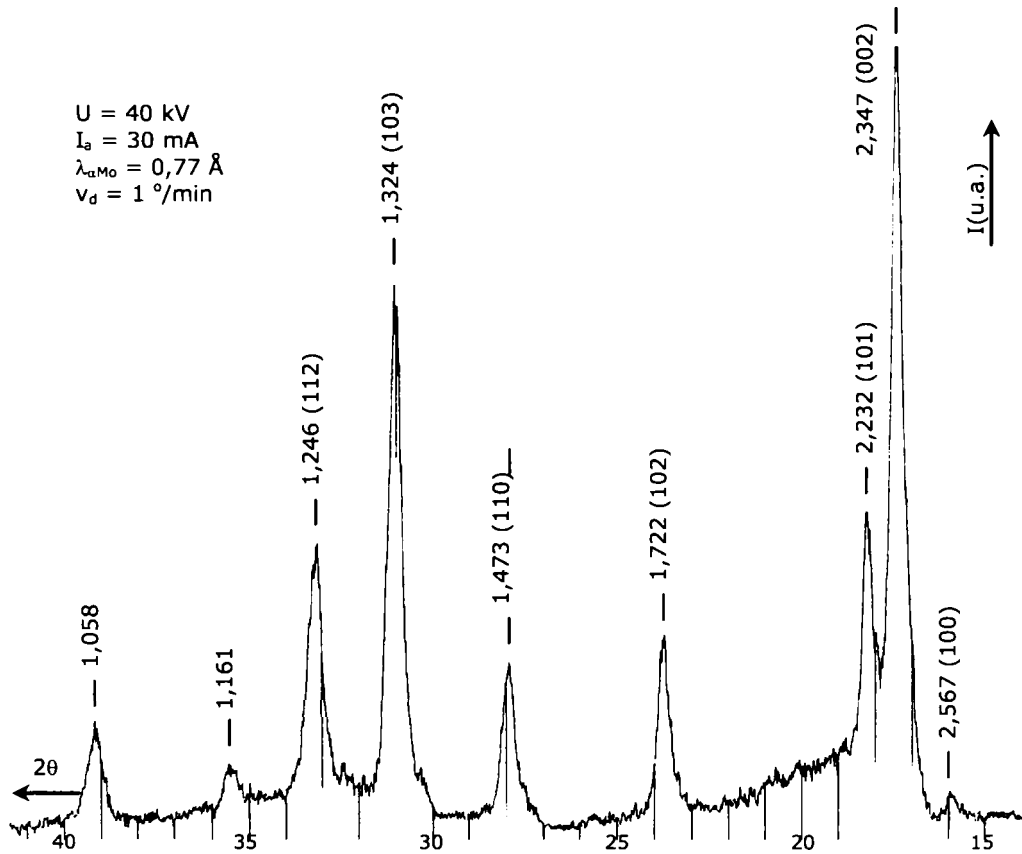


**Figura 3.29** Difractograma platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\epsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36 \text{ mm}$

**Tabelul 3.16** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.29, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\epsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36 \text{ mm}$

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{Å})$	$(hkl)$	Faza
1	16	8	2,551	(100)	Ti $_{\alpha}$
2	17,5	8,75	2,334	(002)	Ti $_{\alpha}$
3	18,3	9,15	2,232	(101)	Ti $_{\alpha}$
4	23,8	11,9	1,722	(102)	Ti $_{\alpha}$

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{\AA})$	(hkl)	Faza
5	28	14	1,467	(110)	Ti $_{\alpha}$
6	31,1	15,55	1,324	(103)	Ti $_{\alpha}$
7	33,3	16,65	1,239	(112)	Ti $_{\alpha}$
8	35,5	17,75	1,164		
9	39,2	19,6	1,058		



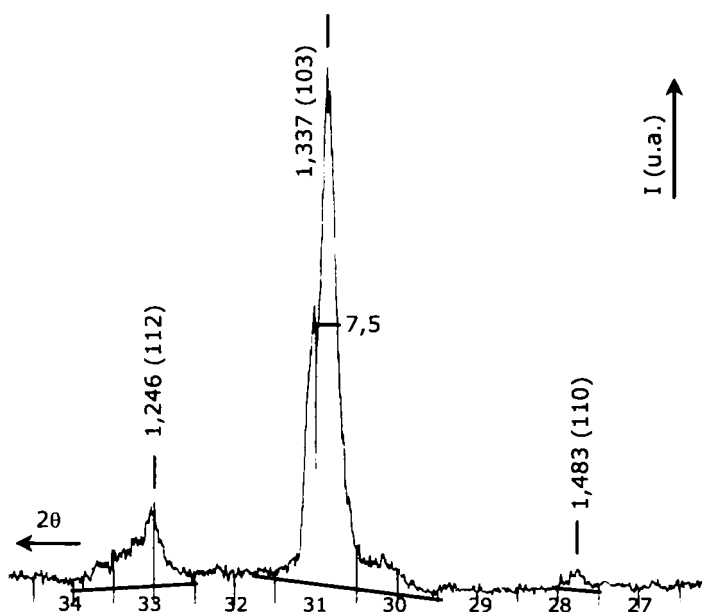
**Figura 3.30** Difractograma platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\epsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm

**Tabelul 3.17** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.30, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\epsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{\AA})$	(hkl)	Faza
1	15,9	7,95	2,567	(100)	Ti $_{\alpha}$
2	17,4	8,7	2,347	(002)	Ti $_{\alpha}$
3	18,3	9,15	2,232	(101)	Ti $_{\alpha}$
4	23,8	11,9	1,722	(102)	Ti $_{\alpha}$
5	27,9	13,95	1,473	(110)	Ti $_{\alpha}$
6	31,1	15,55	1,324	(103)	Ti $_{\alpha}$
7	33,1	16,55	1,246	(112)	Ti $_{\alpha}$

<i>Nr. crt.</i>	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{\AA})$	$(hkl)$	Faza
8	35,6	17,8	1,161		
9	39,2	19,6	1,058		

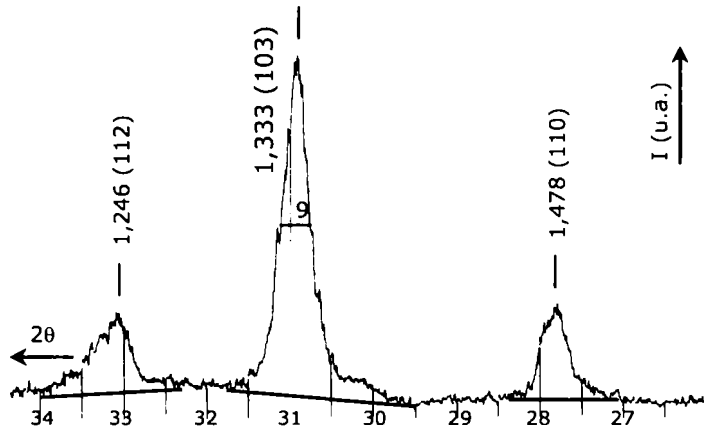
Pentru a determina valorile tensiunilor interne s-au ridicat spectrele de difracție pentru proba în stare inițială și probele laminate pe intervalul unghiular  $2\theta = 27^\circ \dots 34^\circ$ , cu viteza de deplasare a detectorului de  $1^\circ/\text{min}$ . Spectrul de difracție pentru proba în stare inițială se prezintă în figura 3.31, iar în tabelul 3.18 se prezintă distanțele interplanare corespunzătoare. În figurile 3.32 – 3.34 se prezintă difractogramele pentru probele deformate plastic la rece ( $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75$  mm și  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36$  mm, respectiv  $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm), iar în tabelele 3.19 – 3.21 se prezintă distanțele interplanare, indicii Miller și lungimile la jumătatea înălțimii B pentru difractogramele din figurile corespunzătoare.



**Figura 3.31** Diffractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii inițiale de titan (stare de livrare), cu grosimea  $g = 1,5$  mm

**Tabelul 3.18** Distanțele interplanare pentru diffractograma din figura 3.31, platbandă de oțel titan în stare inițială,  $g = 1,5$  mm

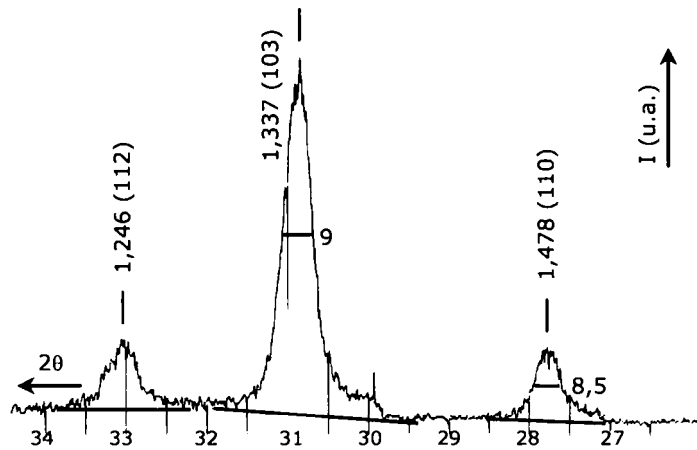
<i>Nr. crt.</i>	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{\AA})$	$(hkl)$	$B(\text{mm})$
1	27,7	13,85	1,483	(110)	
2	30,8	15,4	1,337	(103)	7,5
3	33,1	16,55	1,246	(112)	



**Figura 3.32** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii de titan după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75$  mm

**Tabelul 3.19** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.32, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75$  mm

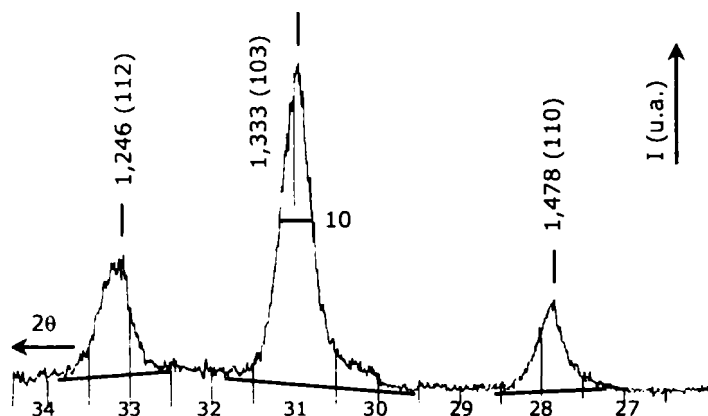
Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	B (mm)
1	27,8	13,9	1,478	(110)	
2	30,9	15,45	1,333	(103)	9
3	33,1	16,55	1,246	(112)	



**Figura 3.33** Difractograma platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36$  mm

**Tabelul 3.20** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.33, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36$  mm

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	B (mm)
1	27,8	13,9	1,478	(110)	
2	30,8	15,4	1,337	(103)	9
3	33,1	16,55	1,246	(112)	



**Figura 3.34** Difractograma platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm

**Tabelul 3.21** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.34, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d$ (Å)	(hkl)	B (mm)
1	27,8	13,9	1,478	(110)	
2	30,9	15,45	1,333	(103)	10
3	33,1	16,55	1,246	(112)	

Analiza comparativă a celor 4 difractograme (figurile 3.31 – 3.34) evidențiază creșterea lățimii B la jumătatea maximului ce corespunde planului cristalografic (103) al fazei  $Ti_\alpha$  (de la  $B_0 = 7,5$  mm pentru proba în stare inițială la  $B = 9$  mm pentru probele cu gradele de deformare  $\varepsilon_1 = 50\%$  și  $\varepsilon_2 = 76\%$ , până la  $B = 10$  mm pentru proba cu grad de deformare  $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ), pe măsura creșterii gradului de deformare, precum și a tensiunilor interne. Lățimea  $B_0$  în starea inițială a materialului este de 7,5 mm (figura 3.31). Nu apar maxime noi care să indice apariția unor faze noi în urma deformării la rece.

Pe baza maximelor determinate din tabelele 3.19 – 3.21, corespunzătoare gradelor de deformare  $\varepsilon_1 = 50\%$ , și  $\varepsilon_2 = 76\%$ , respectiv  $\varepsilon_3 = 87,33\%$  s-au determinat valorile tensiunilor reziduale, folosind relația 3.2.

Astfel, valorile determinate, luând în considerare următoarele proprietăți de material:  $E_{TiCP} = 116$  GPa,  $\nu = 0,32$ , sunt:

- pentru gradul de deformare  $\varepsilon_1 = 50\%$  tensiunile reziduale de ordinul II ( $B_0 = 7,5$  mm,  $B = 9$  mm):  
 $\sigma_1 = 65$  N/mm<sup>2</sup>;
- pentru gradul de deformare  $\varepsilon_2 = 76\%$  tensiunile reziduale de ordinul II ( $B_0 = 7,5$  mm,  $B = 9$  mm):  
 $\sigma_2 = 65$  N/mm<sup>2</sup>;
- pentru gradul de deformare  $\varepsilon_3 = 87,33\%$  tensiunile reziduale de ordinul II ( $B_0 = 7,5$  mm,  $B = 10$  mm):  
 $\sigma_2 = 85$  N/mm<sup>2</sup>.

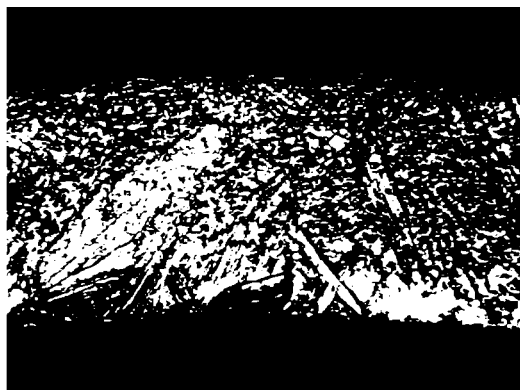
Pentru a evidenția influența unui tratament termic aplicat după deformare asupra structurii și tensiunilor interne, după laminare, probele au fost supuse tratamentului de recoacere, în tabelul 3.22 prezentându-se parametrii pentru tratamentul termic.



**Tabelul 3.22** Parametri tratamentului termic de recoacere pentru platbenzile din titan, laminate

<i>Proba</i>	<i>Temperatura, °C</i>	<i>Timpul, min</i>	<i>Mediul</i>
2, 3		15	
4, 5	700	15	vid, $10^{-6}$ torr
6,7		20	

În figurile 3.35 – 3.37 se prezintă microstructurile probelor după tratamentul de recoacere.



a) MO 100x



b) MO 500x

**Figura 3.35** Platbandă deformată plastic la rece din titan,  $g_1 = 0,75$  mm ( $\epsilon_1 = 50\%$ ), recoaptă

a) MO 100x



b) MO 500x

**Figura 3.36** Platbandă deformată plastic la rece din titan,  $g_2 = 0,36$  mm ( $\epsilon_2 = 76\%$ ), recoaptă



a) MO 100x



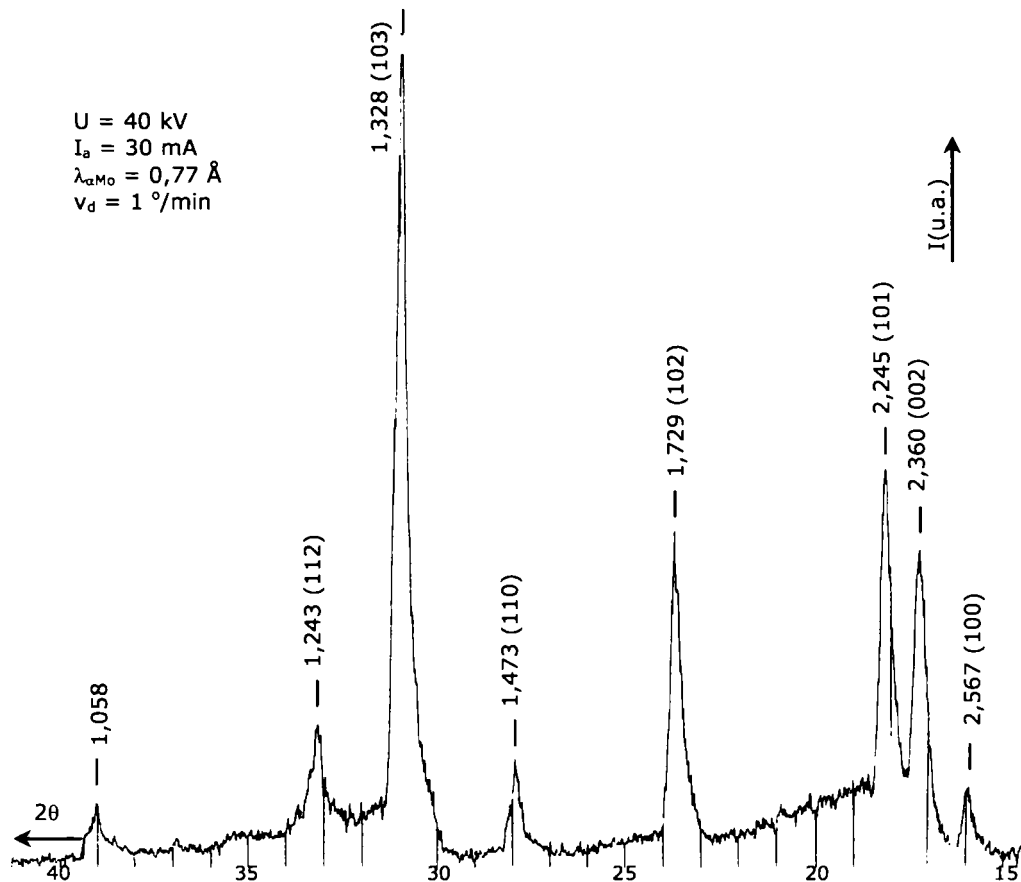
b) MO 500x

**Figura 3.37** Platbandă deformată plastic la rece din titan,  $g_3 = 0,19$  mm ( $\epsilon_3 = 87,33\%$ ), recoaptă

Recoacerea probelor de titan deformate plastic la rece modifică structura în sensul apariției unor formațiuni poliedrice, pentru toate gradele de deformare (figurile 3.35 – 3.37). Mărimea grăuntelui este cu atât mai mică cu cât gradul de deformare este mai mare: indicele de granulație la gradul de deformare  $\epsilon_1 = 50\%$  este de 4, conform SR 10013: 1995 [245], indicele de granulație la gradul de deformare  $\epsilon_2 = 76\%$  este de 5, respectiv indicele de granulație la gradul de deformare  $\epsilon_3 = 87,33\%$  este de 6. La grade mici de deformare, după recoacere, în structură apar și formațiuni aciculare de dimensiuni mari (figurile 3.35 și 3.36).

În vederea expertizei structurale a probelor după tratamentul de recoacere, s-au ridicat spectrele de difracție pentru probele 3, 5 și 7.

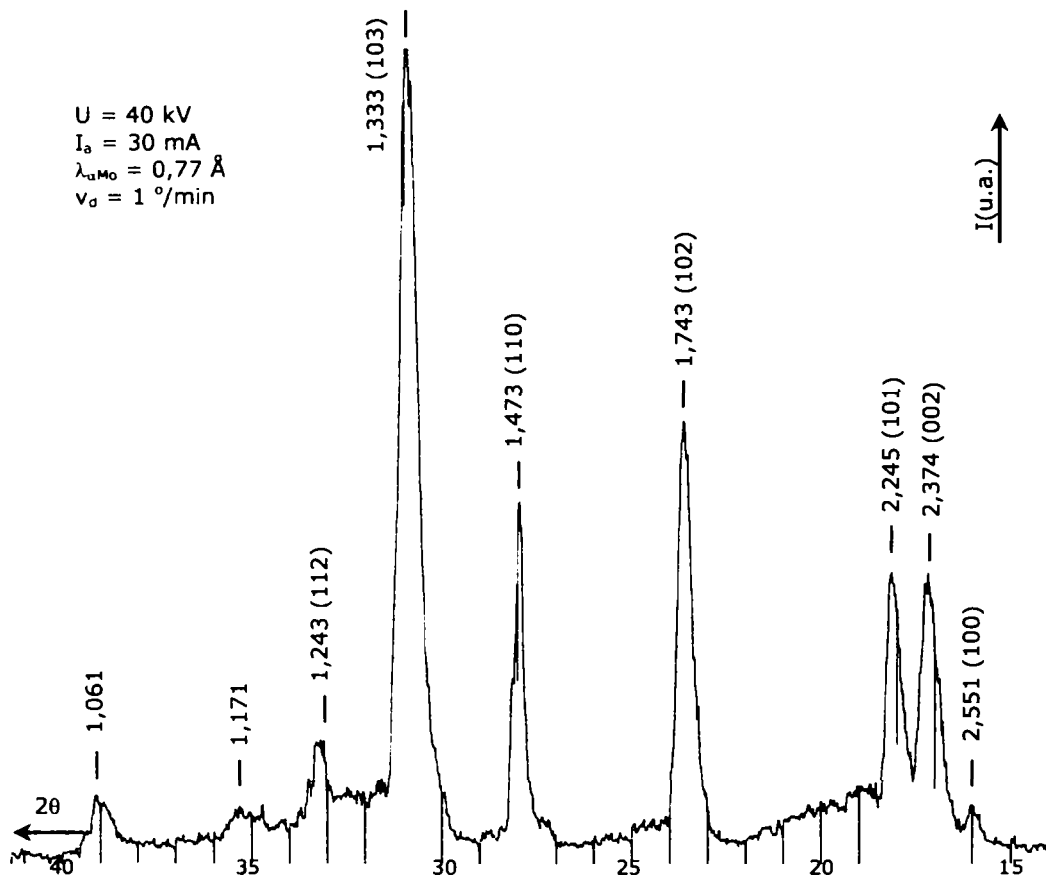
În figurile 3.38 – 3.40 se prezintă spectrele de difracție pentru probele de titan recoapte, iar în tabelele 3.23 – 3.25 se prezintă distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractogramele din figurile corespunzătoare.



**Figura 3.38** Difractograma platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75 \text{ mm}$  și recoaptă la  $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$  timp de 15 min

**Tabelul 3.23** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.38, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75 \text{ mm}$  și recoaptă la  $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$  timp de 15 min

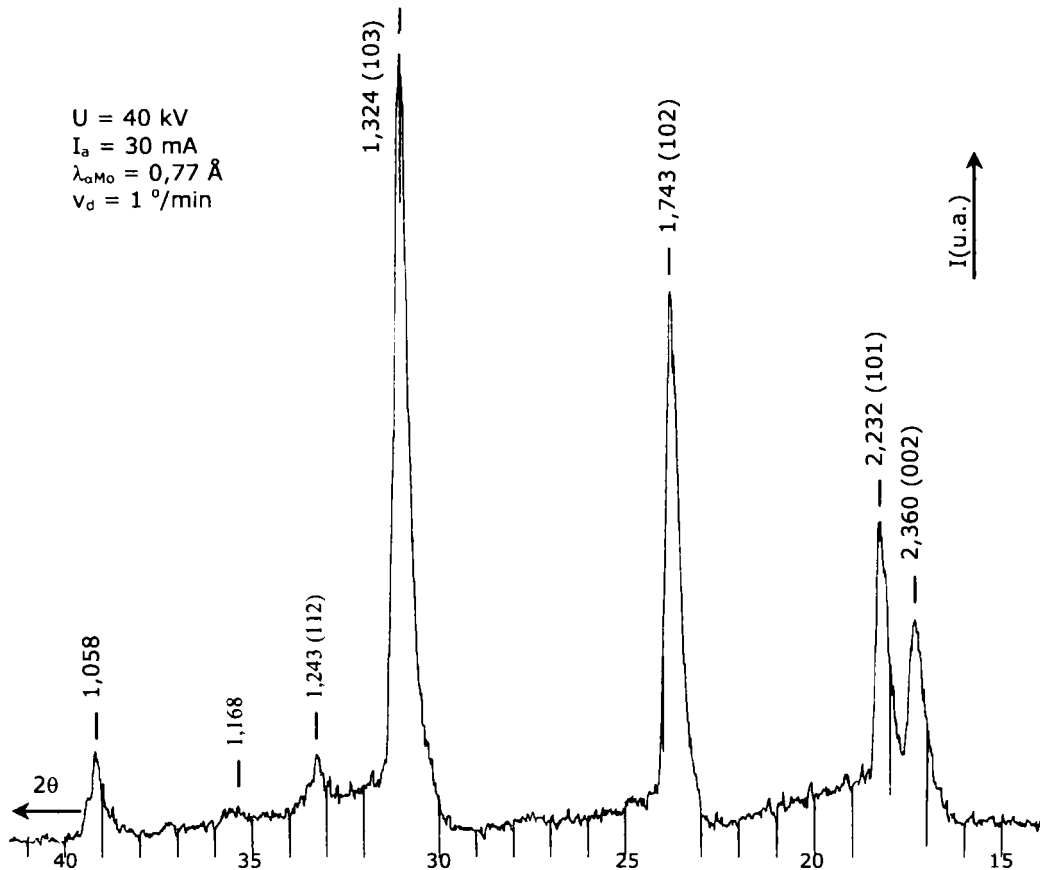
<i>Nr. crt.</i>	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{\AA})$	$(hkl)$	<i>Faza</i>
1	15,9	7,95	2,567	(100)	$\text{Ti}_\alpha$
2	17,3	8,65	2,360	(002)	$\text{Ti}_\alpha$
3	18,2	9,1	2,245	(101)	$\text{Ti}_\alpha$
4	23,7	11,85	1,729	(102)	$\text{Ti}_\alpha$
5	27,9	13,95	1,473	(110)	$\text{Ti}_\alpha$
6	31	15,5	1,328	(103)	$\text{Ti}_\alpha$
7	33,2	16,6	1,243	(112)	$\text{Ti}_\alpha$
8	39,2	19,6	1,058	(112)	$\text{Ti}_\alpha$



**Figura 3.39** Difractograma platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36 \text{ mm}$  și recoaptă la  $T = 700^\circ\text{C}$  timp de 15 min

**Tabelul 3.24** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.39, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36 \text{ mm}$  și recoaptă la  $T = 700^\circ\text{C}$  timp de 15 min

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{\AA})$	$(hkl)$	Faza
1	16	8	2,551	(100)	$\text{Ti}_\alpha$
2	17,2	8,6	2,374	(002)	$\text{Ti}_\alpha$
3	18,2	9,1	2,245	(101)	$\text{Ti}_\alpha$
4	23,5	11,75	1,743	(102)	$\text{Ti}_\alpha$
5	27,9	13,95	1,473	(110)	$\text{Ti}_\alpha$
6	30,9	15,45	1,333	(103)	$\text{Ti}_\alpha$
7	33,2	16,6	1,243	(112)	$\text{Ti}_\alpha$
8	35,3	17,65	1,171		
9	39,1	19,55	1,061		



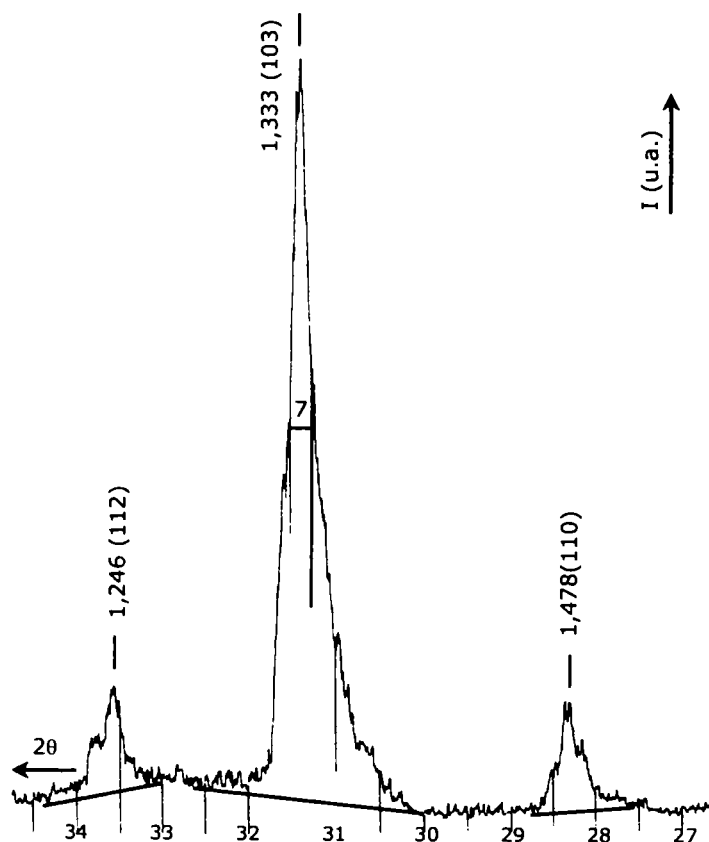
**Figura 3.40** Difractograma platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\epsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm și recoaptă la  $T = 700$  °C timp de 20 min

**Tabelul 3.25** Distanțele interplanare și indicii Miller pentru difractograma din figura 3.40, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\epsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm și recoaptă la  $T = 700$  °C timp de 20 min

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{Å})$	$(hkl)$	Faza
1	17,3	8,65	2,360	(002)	Ti <sub>a</sub>
2	18,3	9,15	2,232	(101)	Ti <sub>a</sub>
3	23,5	11,75	1,743	(102)	Ti <sub>a</sub>
4	31,1	15,55	1,324	(103)	Ti <sub>a</sub>
5	33,2	16,6	1,243	(112)	Ti <sub>a</sub>
6	35,4	17,7	1,168		
7	39,2	19,6	1,058		

Recoacerile probelor deformate de titan la temperaturi de 700 °C nu au efecte vizibile asupra difractogramelor, ceea ce conduce la ideea că recoacerea la această temperatură nu produce transformări de fază în material. Difractogrammele obținute după recoacere nu coincid cu cele inițiale, corespunzătoare structurii de echilibru, indicând necesitatea unei temperaturi mai mari de recoacere pentru eliminarea tensiunilor interne și revenirea la structura de echilibru.

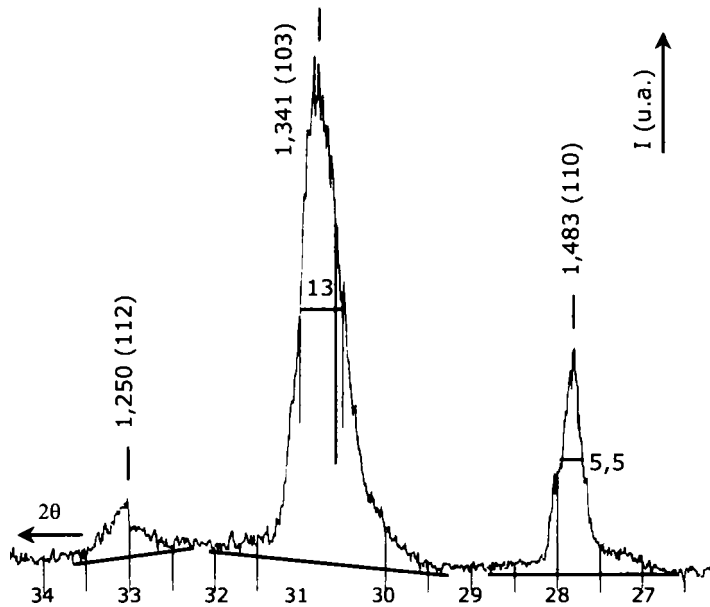
În vederea determinării nivelului tensiunilor interne rezultate în urma aplicării tratamentului termic, s-au ridicat spectrele de difracție pentru probele recoapte pe intervalul unghiular  $2\theta = 27^\circ \dots 34^\circ$ , cu viteza de deplasare a detectorului de  $1^\circ/\text{min}$ , aceste spectre fiind prezentate în figurile 3.41 - 3.43, în tabelele 3.26 - 3.28 prezentându-se distanțele interplanare, indicii Miller și lungimile la jumătatea înălțimii B pentru difractogramele din figurile corespunzătoare.



**Figura 3.41** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75 \text{ mm}$  și recoaptă la  $T = 700^\circ\text{C}$  timp de 15 min

**Tabelul 3.26** Distanțele interplanare, indicii Miller și B pentru difractograma din figura 3.41, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $g_1 = 0,75 \text{ mm}$  și recoaptă la  $T = 700^\circ\text{C}$  timp de 15 min

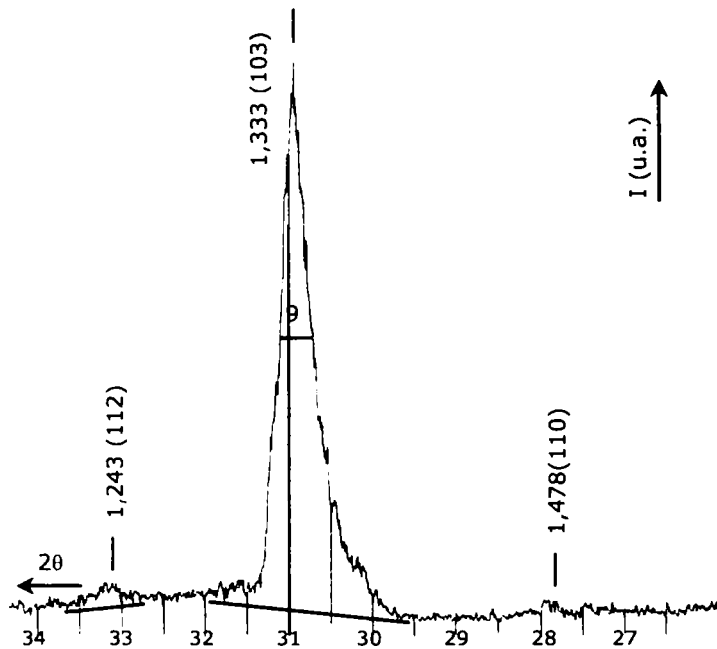
Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d (\text{Å})$	$(hkl)$	B (mm)
1	27,8	13,9	1,478	(110)	
2	30,9	15,45	1,333	(103)	7
3	33,1	16,55	1,246	(112)	



**Figura 3.42** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36$  mm și recoaptă la  $T = 700$  °C timp de 15 min

**Tabelul 3.27** Distanțele interplanare, indicii Miller și B pentru difractograma din figura 3.42, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $g_2 = 0,36$  mm și recoaptă la  $T = 700$  °C timp de 15 min

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	$d(\text{Å})$	$(hkl)$	$B$ (mm)
1	27,7	13,85	1,483	(110)	5,5
2	30,7	15,35	1,341	(103)	13
3	33	16,5	1,250	(112)	



**Figura 3.43** Difractograma pentru calculul tensiunilor interne a platbenzii de Ti după deformare plastică la rece,  $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm și recoaptă la  $T = 700$  °C timp de 20 min

**Tabelul 3.28** Distanțele interplanare, indicii Miller și B pentru difractograma din figura 3.43, platbandă de Ti deformată plastic la rece,  $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ,  $g_3 = 0,19$  mm și recoaptă la  $T = 700$  °C timp de 20 min

Nr. crt.	$2\theta$	$\theta$	rad	$d(\text{Å})$	(hkl)	B (mm)
1	27,8	13,9	0,243	1,478	(110)	
2	30,9	15,45	0,270	1,333	(103)	9
3	33,2	16,6	0,290	1,243	(112)	

Analiza detaliilor din difractogramele obținute în urma recoacerii (figurile 3.41 – 3.43) indică modificări neesențiale ale semilățimii maximului (103)  $Ti_\alpha$  (valorile lui B rămân în jur de 9 mm și după recoacere), ceea ce conduce la ideea păstrării tensiunilor interne la valori apropiate de cele inițiale. La grade mici de deformare ( $\varepsilon_1 = 50\%$ ) se constată o scădere relativ redusă a lățimii (de la  $B = 9$  mm la  $B = 7$  mm).

### Concluzii

În urma expertizei structurale prin difracția razelor X a probelor de titan, se constată următoarele:

- Starea structurală a probelor se păstrează, asigurată atât în urma deformărilor plastice la rece cu gradele  $\varepsilon_1 = 50\%$ ,  $\varepsilon_2 = 76\%$ ,  $\varepsilon_3 = 87,33\%$ , cât și în urma tratamentelor de recoacere aplicate după deformare, aceasta fiind alcătuită din soluție solidă  $\alpha$ -Ti.
- Pe măsura măririi gradului de deformare, se observă creșterea stării de tensiuni interne de ordinul II, măsura acestei creșteri fiind lățimea B la jumătatea înălțimii. În cazul liniei (103) evoluția lui B este: 7,5 mm ( $\varepsilon = 0\%$ ), 9 mm ( $\varepsilon_1 = 50\%$ ), 9 mm ( $\varepsilon_2 = 76\%$ ), 10 mm ( $\varepsilon_3 = 87,33\%$ ). Astfel,



comparativ cu starea inițială, în urma deformării plastice, există următoarele stări de tensiuni:  $\sigma_1 = 65 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_2 = 65 \text{ N/mm}^2$  și  $\sigma_3 = 85 \text{ N/mm}^2$ .

- După aplicarea tratamentului termic de recoacere la  $T = 700 \text{ }^\circ\text{C}$ , după deformările plastice la rece, evoluția lățimii B a liniei (103) este: 7 mm ( $\varepsilon_1$ ), 13 mm ( $\varepsilon_2$ ), 9 mm ( $\varepsilon_3$ ).
  - o Astfel, pentru proba deformată cu  $\varepsilon_1$ , după recoacere, starea de tensiuni interne este înlăturată.
  - o Pentru proba deformată cu  $\varepsilon_2$ , starea de tensiuni interne crește la  $125 \text{ N/mm}^2$ .
  - o Pentru proba deformată cu  $\varepsilon_3$ , starea de tensiuni interne rămâne la  $85 \text{ N/mm}^2$ .

În concluzie, pentru implantele de titan obținute prin deformare plastică la rece cu același grad de deformare, se impune creșterea temperaturii sau a timpului de recoacere pentru înlăturarea stării de tensiuni interne.

### 3.5 Determinarea experimentală a vitezei de coroziune

#### 3.5.1 Prezentarea metodei de determinare

Determinarea comportamentului la coroziune prin metode electrochimice are la bază corelația directă ce există între curentul măsurat între electrozi și cantitatea de metal transferată în mediul coroziv. Cele mai folosite unități de măsură pentru viteza de coroziune sunt g/an și mm/an.

Încercările de determinare a vitezei de coroziune în mediu biologic simulat s-au realizat în *Laboratorul CIDUCOS – UPT, acreditat RENAR în baza SR EN ISO/CEI 17025: 2005* [276], *certificat de acreditare nr. 477-L*, instalația utilizată din dotare fiind *potențostatul Voltalab 21*, care permite utilizarea următoarelor metode de lucru: potențiale de circuit deschis (OCP), coroziune galvanică (Evans), coroziune în puncte (pitting corrosion) și voltametrie ciclică [205].

Instalația utilizată (figura 3.44) este formată din următoarele componente:

- *Potențostatul/ galvanostatul VoltaLab 21* ce cuprinde un generator de semnal integrat, ce poate fi folosit ca un instrument independent prin programare din panoul frontal. Cu ajutorul software-ului dedicat (VoltaMaster 4) se înregistrează rezistența de polarizare și potențialul de coroziune pentru un interval de timp destul de lung cu o rată maximă de scanare de  $10 \text{ mV/s}$ .
- *Celula electrochimică BEC/EDI* – este confecționată din pyrex, permite termostatarea și poate fi utilizată cu mai multe tipuri de electrozi.
- *Electrozi*: de referință din calomel; de platină.



**Figura 3.44** Potențostatul Voltalab 21

Mediile în care se desfășoară determinările de coroziune trebuie să se apropie cât mai mult de structura mediului biologic, utilizându-se următoarele soluții ce simulează fluidele organismului uman [260]: plasmă; ser fiziologic; soluție Ringer; soluție Ringer lactat; soluție Hartman; albumină serică bovină (BSA); salivă artificială; soluții de albumină cu concentrații diferite.

Înainte de efectuarea determinării, proba este degresată și spălată din abundență cu apă distilată, în cazul metalelor șlefuite și lustruite în prealabil.

Pentru încercările de determinare a vitezei de coroziune în mediu biologic simulat, încercările fizice se efectuează în condiții de mediu cât mai apropiate de cele fiziologice și anume: pH 7,3 – 7,4 și temperatura de 37 °C. Pentru saliva artificială valoarea pH-ului poate varia între 5,5 și 7. Condiția de pH este îndeplinită prin utilizarea unor medii adecvate (menționate mai sus). În anumite situații, se pot efectua determinări și la alte valori ale pH-ului. Temperatura vasului de coroziune se menține în jurul valorii de  $37 \pm 2$  °C prin utilizarea unei băi de termostatare.

Se trasează curba de polarizare obținută, în concordanță cu ASTM G3-89 (2004) *Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing* și ASTM G5-94 (2004) *Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements*. Pentru determinarea parametrilor de coroziune pot fi folosite atât metoda Stern, cât și Tafel, descrise în standardul SR EN ISO 10993-15: 2002 [260].

### 3.5.2 Comportarea la coroziune în mediu biologic simulat a unor oțeluri inoxidabile austenitice

În cadrul tezei s-a realizat studiul comportării la coroziune în mediu biologic simulat, în scopul determinării vitezei de coroziune, a unor probe din oțel inoxidabil austenic din clasa AISI, utilizate pentru confecționarea de implante chirurgicale, în diferite stări (tabelul 3.29).

**Tabelul 3.29** Probele supuse încercării de coroziune

<b>Nr. probă</b>	<b>Starea materialului</b>	<b>Material</b>
1	Laminat la rece	
2	Sudat	
3	Deformat plastic la rece	AISI 316L
4	Laminat, grad de deformare $\epsilon = 52\%$	
5	Laminat, grad de deformare $\epsilon = 80\%$	
6	Laminat la rece	
7	Sudat	AISI 304L
8	Recopt în mediu neutru	
9	Recopt în mediu oxidant	
10	Laminat la rece	AISI 316
11	Laminat la rece	
12	Sudat	AISI 321
13	Recopt în mediu neutru	
14	Recopt în mediu oxidant	

Metoda aleasă este *voltametrie ciclică*, deoarece, spre deosebire de alte metode, oferă rezultate pertinente într-un interval de timp relativ redus și este conform standardelor ASTM G3-89 (2004) [225] și ASTM G5-94 (2004) [227]. Standardul ASTM G3-89 (2004) [225] cuprinde convențiile pentru indicarea și prezentarea datelor experimentale ale coroziunii electrochimice, precum și convențiile pentru prezentarea potențialului, a densității de curent, a impedanței și

admitanței electrochimice, precum și convențiile pentru prezentarea grafică a acestor date obținute experimental [215]. Metoda de încercare descrisă în standardul ASTM G5-94 (2004) [227] cuprinde o procedură experimentală pentru verificarea tehnicii experimentale și a instalației. Dacă este repetată, această metodă de încercare va oferi măsurători de polarizare anodică potențiostatică și potențiodinamică, care vor reproduce datele determinate de alții în alte laboratoare, fapt ce asigură faptul că încercarea este una de referință pentru toate laboratoarele, proba de referință fiind lotul de oțel inoxidabil AISI 430 [215].

Parametri caracteristici încercării la coziune prin metoda voltametriei ciclice sunt:

- Viteza de coroziune – exprimată în mm/an ( $\mu\text{m}/\text{an}$ );
- $E(I_0)$ , mV – potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0;
- $R_p$  – rezistența de polarizare, care se corelează cu grosimea, respectiv stabilitatea stratului protector de pe suprafața probei supusă încercării.

Determinările s-au efectuat într-un mediu echivalent celui biologic – *soluție Hartman* la temperatura de lucru de 37 °C, menținută constantă prin termostatare.

Compoziția chimică a soluției Hartman este: NaCl: 6,02 g; KCl: 0,37 g; CaCl/CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O: 0,29 g; Natrium lactat: 3,14 g, cu osmolaritatea teoretică de: 278.

Soluția Hartman este o soluție izotonă (are aceeași presiune osmotică cu plasma sangvină) și conținutul de ioni este similar ionogramei sangvine. Principalul dezavantaj al utilizării acestei soluții constă în absența proteinelor, care, conform ultimelor studii, au o influență destul de mare asupra proceselor de coroziune în medii biologice (plasmă, lichid sinovial, etc.).

Compoziția chimică a oțelurilor supuse încercării a fost determinată prin spectrometrie de emisie optică pe *spectrometrul ARLQuantoDesk*.

Procesul de coroziune al probelor este realizat pe *instalația Voltalab 21* și se materializează prin curbele de coroziune (potențialul electric în funcție de densitatea de curent) și prin parametrii procesului (viteza de coroziune, potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0 și rezistența de polarizare).

Coroziunea are loc în porțiunea cuprinsă sub curbe. Intervalul în care sunt plasate aceste curbe de coroziune oferă informații despre stabilitatea chimică a suprafețelor materialelor supuse procesului de coroziune. Cu cât suprafața de sub curbă este mai mică și cu cât curba este deplasată spre valorile electronegative, cu atât procesul de coroziune este mai redus.

Astfel, pentru fiecare probă s-a efectuat un număr de 3 cicluri, cu scopul de a pune în evidență stabilitatea și comportamentul în timp al suprafeței. În general, la primul ciclu, suprafața este mai reactivă, prin urmare și prima curbă poate avea o suprafață mai mare și poate prezenta neregularități. După primul ciclu, în special, datorită fazei de anodizare, suprafața tinde să devină tot mai stabilă. Cu cât numărul de cicluri crește, cu atât tendința de suprapunere este mai mare, iar comportamentul la coroziune în suprafață se stabilizează.

Pentru completarea studiilor de coroziune, s-a realizat și examinarea metalografică a probelor (pregătite metalografic și atacate chimic) pe *microscopul optic metalografic BX51M*.

### **Proba 1 laminată la rece – material AISI 316L**

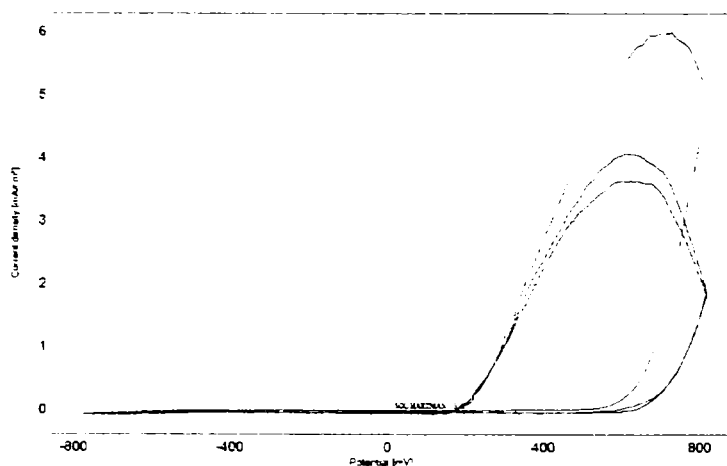
Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.30.

**Tabelul 3.30** Compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L

Elementul	Încercarea 1 (%)	Încercarea 2 (%)	Încercarea 3 (%)	Încercarea 4 (%)	Media (%)	Abaterea standard (%)
Fe	67.33	67.33	66.80	67.16	67.15	0.2515
C	0.0238	0.0241	0.0413	0.0364	0.0314	0.0089
Si	0.4010	0.3692	0.3662	0.3802	0.3791	0.0158
Mn	0.9054	0.8981	0.8910	0.8930	0.8969	0.0064
P	0.0300	0.0250	0.0227	0.0307	0.0271	0.0039
S	0.0089	0.0082	0.0106	0.0081	0.0090	0.0012
Cr	17.92	17.73	18.05	17.95	17.91	0.1308
Ni	10.63	11.12	10.94	10.92	10.90	0.2016
Mo	2.148	1.913	2.298	2.027	2.097	0.1651
Cu	0.3130	0.3224	0.3239	0.3234	0.3207	0.0052
Ti	0.0124	0.0113	0.0137	0.0116	0.0123	0.0011
Nb	0.0172	<0.007	0.0226	<0.007	<0.013	0.0073
Co	0.1634	0.1368	0.1277	0.1534	0.1453	0.0161

Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 1, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.45.



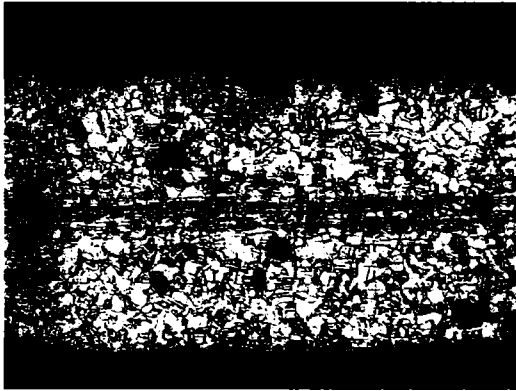
**Figura 3.45** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 1 (AISI 316L laminat la rece)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 300 mV și 800 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 6 mA/cm<sup>2</sup>. Aria de sub prima curbă este mai mare, reflectând o suprafață mai activă. Următoarele două curbe de polarizare își păstrează alura, chiar dacă nu există o suprapunere, nici pe ramura anodică, nici pe cea catodică. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

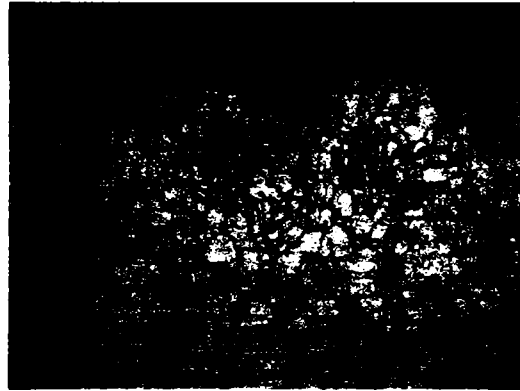
Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 13,53 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  
 $E(I_0) = -383,1$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 36,60$  kohm·cm<sup>2</sup>.

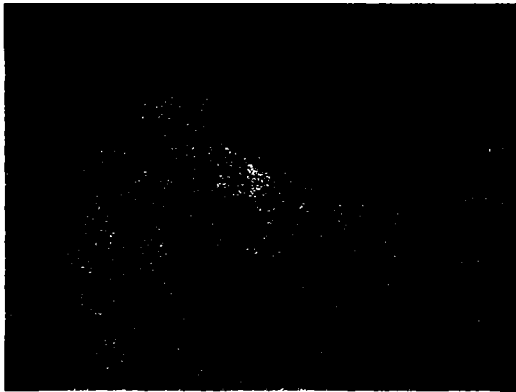
Microstructura corespunzătoare probei 1 (AISI 316L laminat la rece), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.46.



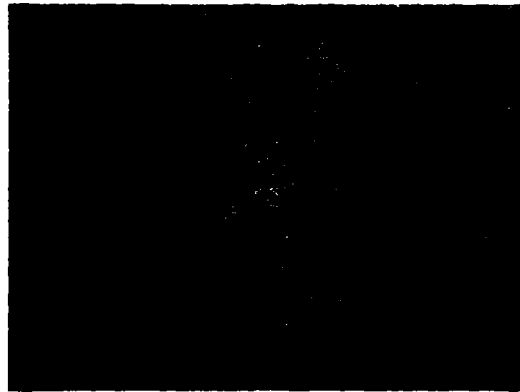
a) MO 100x



b) suprafață, MO 200x



c) suprafață, MO 500x



d) miez, MO 500x

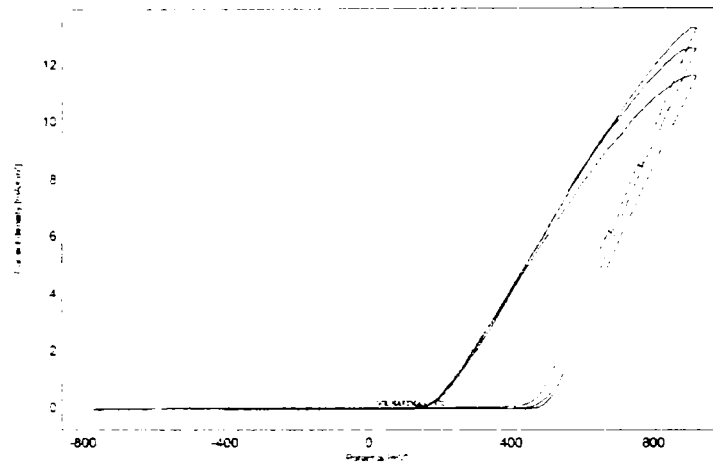
**Figura 3.46** Microfografiile corespunzătoare probei 1 (AISI 316L laminat la rece)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost afectată prin coroziune în puncte (pitting), pe o adâncime de până la 45 μm. Nu se observă alt tip de coroziune (generalizată) și nici oxizi în suprafață. Structura din miezul probei nu este afectată în urma încercării la coroziune.

### **Proba 2 – material AISI 316L sudat prin procedeul WIG**

Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.30.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 2, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.47.



**Figura 3.47** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 2 (AISI 316L sudat)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 100 mV și 850 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim  $13 \text{ mA/cm}^2$ . Aria de sub prima curbă este mai mică, reflectând o suprafață stabilă, chiar din momentul inițial. Următoarele două curbe de polarizare își păstrează alura și prezintă tendința de suprapunere, indicând un comportament relativ stabil în timp. Nu se observă procese secundare de oxidare în suprafață.

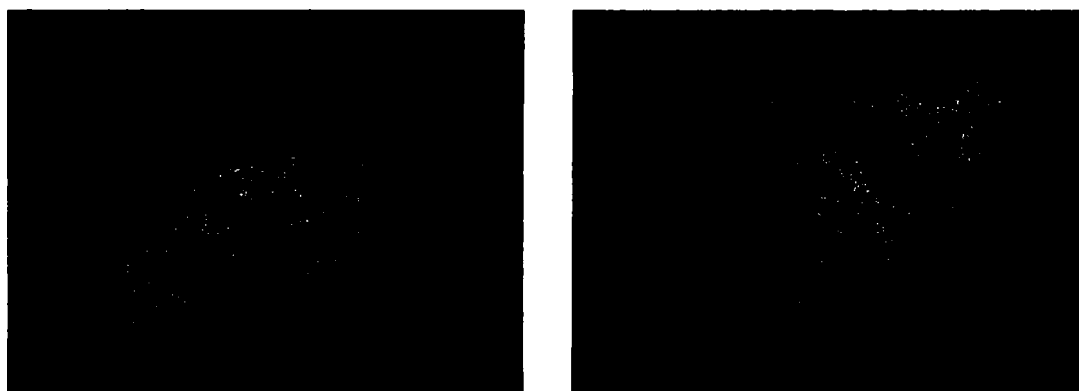
Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune:  $15,33 \text{ } \mu\text{m/an}$ ;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  
 $E(I_0) = -391,3 \text{ mV}$ ;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 20,10 \text{ kohm}\cdot\text{cm}^2$ .

Microstructura corespunzătoare probei 2 (AISI 316L sudat), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.48.



a) MO 200x



b) suprafață, MO 500x

c) miez, MO 500x

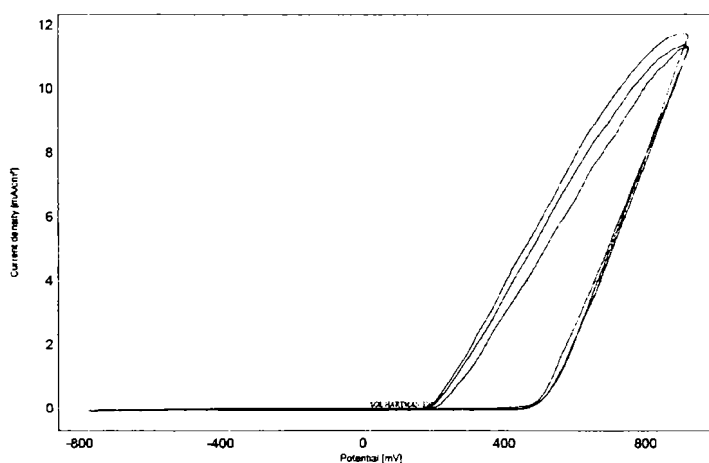
**Figura 3.48** Microfografiile corespunzătoare probei 2 (AISI 316L sudat)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncime de 63  $\mu\text{m}$ . Se observă o ușoară tendință de coroziune intercristalină în stratul superficial. Nu se observă oxizi în suprafață, iar structura din miezul probei nu este afectată de coroziune.

### **Proba 3 deformată plastic la rece – material AISI 316L**

Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.30.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 3, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.49.

**Figura 3.49** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 3 (AISI 316L deformat plastic la rece)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 275 mV și 850 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 12  $\text{mA}/\text{cm}^2$ . Aria de sub prima curbă este mai mică, reflectând o suprafață stabilă, chiar din momentul inițial. Următoarele două curbe de polarizare își păstrează alura și

prezintă tendința de suprapunere, indicând un comportament relativ stabil în timp. Nu se observă procese secundare de oxidare în suprafață.

Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 11,43  $\mu\text{m}/\text{an}$ ;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  $E(I_0) = -404,4 \text{ mV}$ ;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 14,78 \text{ kohm}\cdot\text{cm}^2$ .

Microstructura corespunzătoare probei 3 (AISI 316L deformat plastic la rece), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.50.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x



c) miez, MO 500x

**Figura 3.50** Microfografiile corespunzătoare probei 3 (AISI 316L deformat plastic la rece)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting). Adâncimea de coroziune este de 40  $\mu\text{m}$ . În suprafață se remarcă un strat subțire de oxid. Structura din miezul probei nu este afectată în urma încercării la coroziune.

#### **Proba 4 laminată, grad de deformare $\varepsilon = 52\%$ – material AISI 316L**

Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.30.

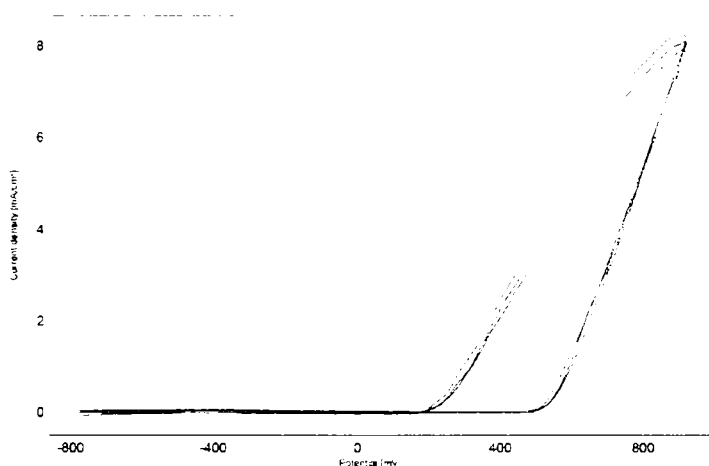
Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 4, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.51.



Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 300 mV și 850 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 8,5 mA/ cm<sup>2</sup>. Curbele de polarizare au aspect regulat și prezintă tendința de suprapunere, după primul ciclu. Suprafața se stabilizează în timp. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 19,47 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  $E(I_0) = -422,7$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 22,65$  kohm·cm<sup>2</sup>.

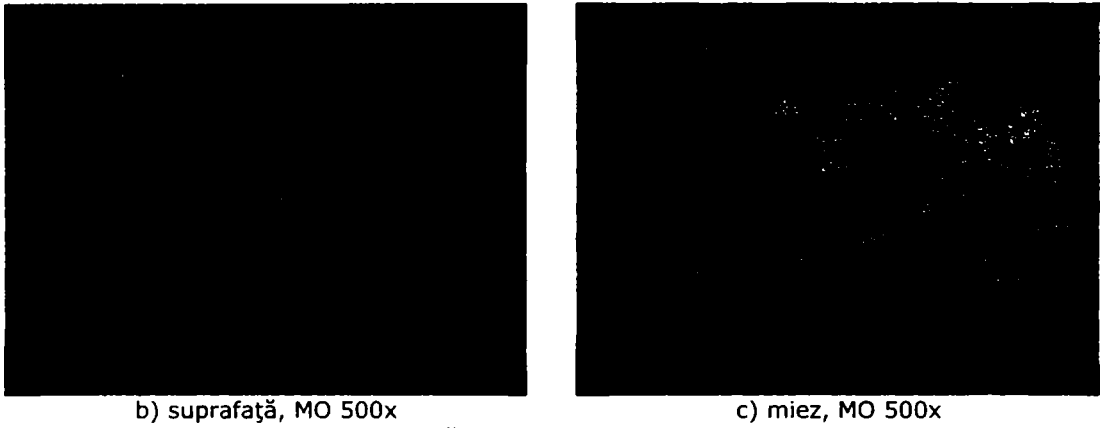


**Figura 3.51** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 4 (AISI 316L laminat, grad de deformare  $\varepsilon = 52\%$ )

Microstructura corespunzătoare probei 4 (AISI 316L laminat, grad de deformare  $\varepsilon = 52\%$ ), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.52.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x

c) miez, MO 500x

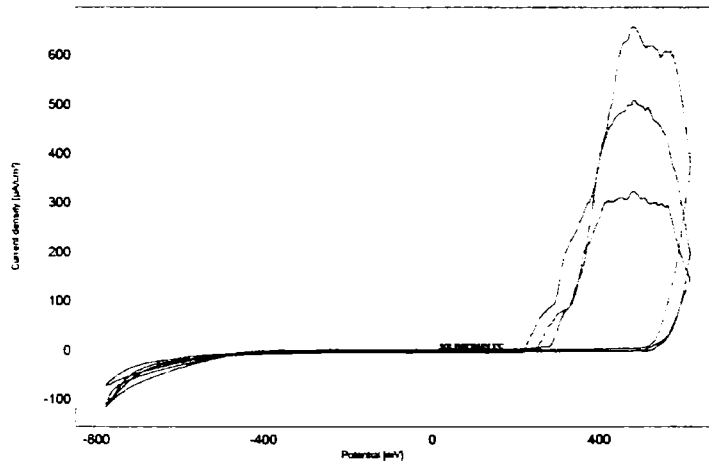
**Figura 3.52** Microfografiile corespunzătoare probei 4 (AISI 316L laminat, grad de deformare  $\varepsilon = 52\%$ )

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), în suprafață, pe o adâncimea de aproximativ 28  $\mu\text{m}$ . Nu se observă alt tip de coroziune (generalizată) și nici oxizi în suprafață. Structura din miezul probei nu este afectată în urma încercării la coroziune.

#### **Proba 5 laminată, grad de deformare $\varepsilon = 80\%$ – material AISI 316L**

Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.30.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 5, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.53.



**Figura 3.53** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 5 (AISI 316L laminat, grad de deformare  $\varepsilon = 80\%$ )

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 300 mV și 480 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 650  $\mu\text{A}/\text{cm}^2$ . Curbele de polarizare au aspect neregulat, fără tendințe de suprapunere, aspect „în

platou” și neregulat la potențiale de polarizare mici (max. 480 mV). Posibil procese secundare de suprafață.

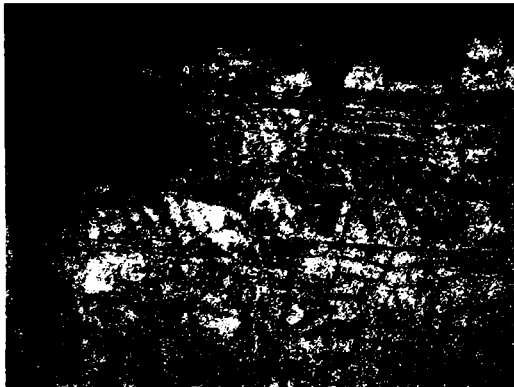
Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 13,19  $\mu\text{m}/\text{an}$ ;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  $E(I_0) = -377,4 \text{ mV}$ ;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 47,36 \text{ kohm}\cdot\text{cm}^2$ .

Microstructura corespunzătoare probei 5 (AISI 316L laminată, grad de deformare  $\varepsilon = 80\%$ ), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.54.



a) MO 200x



b) suprafață, MO 500x



c) miez, MO 500x

**Figura 3.54** Microfografiile corespunzătoare probei 5 (AISI 316L laminat, grad de deformare  $\varepsilon = 80\%$ )

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncimea destul de mare, de aproximativ 110  $\mu\text{m}$  în suprafață. Nu se observă alt tip de coroziune (generalizată). În suprafață se remarcă un strat fin de oxizi. Structura din miezul probei nu este afectată în urma încercării la coroziune.

#### **Proba 6 laminată la rece – material AISI 304L**

Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.31.

**Tabelul 3.31** Compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic AISI 304L

Elementul	Încercarea 1 (%)	Încercarea 2 (%)	Încercarea 3 (%)	Încercarea 4 (%)	Media (%)	Abaterea standard (%)
Fe	70.06	70.27	70.38	70.33	70.26	0.1417
C	0.0292	0.0321	0.0304	0.0353	0.0317	0.0026
Si	0.3605	0.3503	0.3469	0.3552	0.3532	0.0059
Mn	1.756	1.708	1.702	1.753	1.730	0.0286
P	0.0251	0.0263	0.0221	0.0275	0.0253	0.0023
S	<0.003	<0.004	<0.004	0.0063	0.0045	0.0012
Cr	18.36	17.96	17.91	18.22	18.11	0.2114
Ni	8.750	8.991	8.920	8.508	8.792	0.2148
Mo	0.1906	0.1875	0.2082	0.2750	0.2153	0.0408
Cu	0.2654	0.2763	0.2770	0.2632	0.2705	0.0072
Ti	<0.005	<0.004	<0.005	<0.007	<0.005	0.0010
Nb	<0.002	<0.000	<0.005	0.0158	0.0059	0.0070
Co	0.0969	0.0897	0.0913	0.0991	0.0943	0.0045

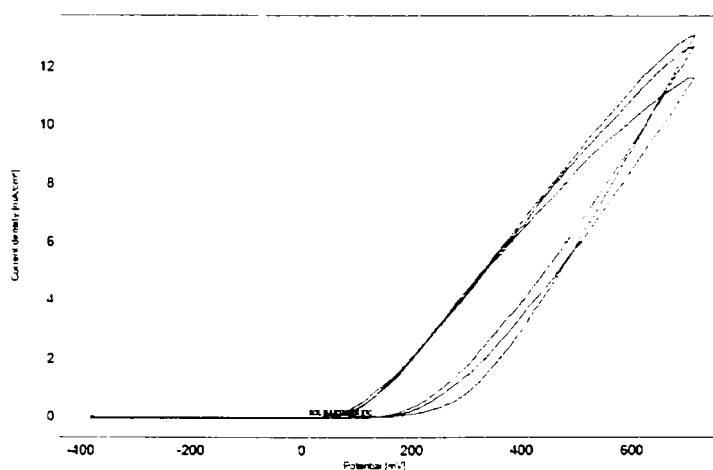
Compoziția chimică a oțelului AISI 304L se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 6, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.55.

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 40 mV și 670 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 12,8 mA/cm<sup>2</sup>. Aria de sub prima curbă este mai mică, reflectând o suprafață stabilă, chiar din momentul inițial. Următoarele două curbe de polarizare își păstrează alura și prezintă tendința de suprapunere, indicând un comportament relativ stabil în timp. Nu se observă procese secundare de oxidare în suprafață.

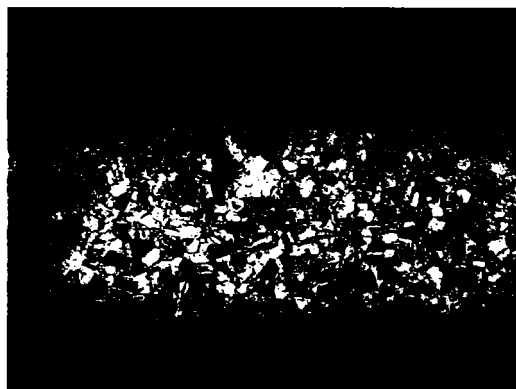
Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 9,077 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  $E(I_0) = -366,5$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 32,03$  kohm·cm<sup>2</sup>.



**Figura 3.55** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 6 (AISI 304L laminat la rece)

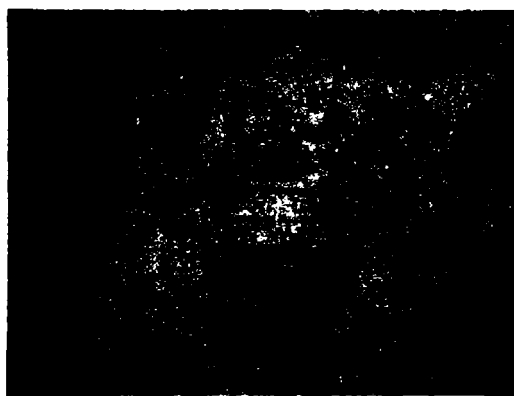
Microstructura corespunzătoare probei 6 (AISI 304L laminat la rece), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.56.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x



c) miez, MO 500x

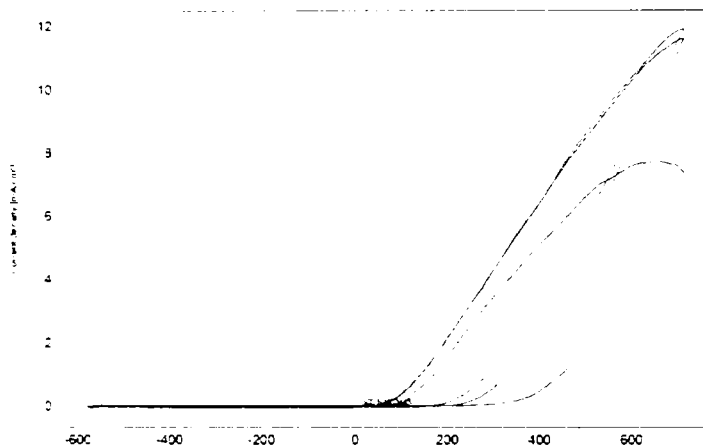
**Figura 3.56** Microfografiile corespunzătoare probei 6 (AISI 304L laminat la rece)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncime de aproximativ 40 μm. Nu se observă alt tip de coroziune (generalizată) și nici oxizi în suprafață. Structura din miezul probei nu este afectată în urma încercării la coroziune.

#### **Proba 7 sudată – material AISI 304L**

Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.31.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 7, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.57.



**Figura 3.57** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 7 (AISI 304L sudat)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 25 mV și 650 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 12 mA/cm<sup>2</sup>. Curbele tind să se suprapună după primul ciclu. Suprafața este activă inițial, dar prezintă tendința de stabilizare în timp. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

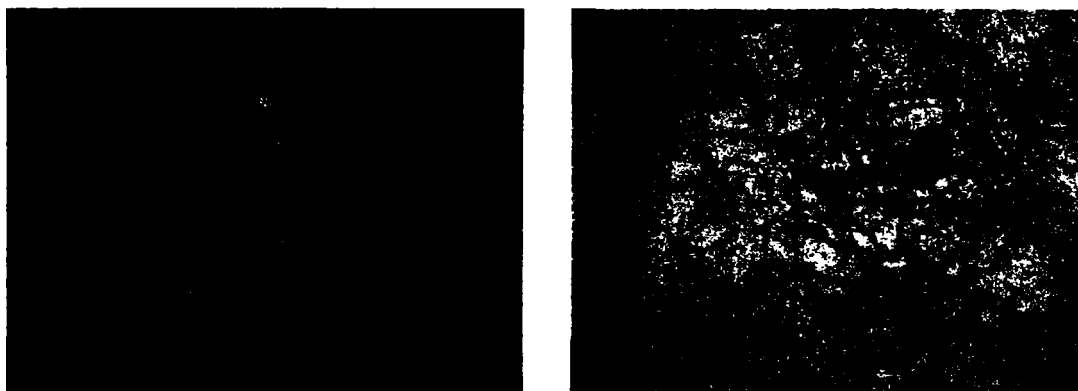
Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 19,22 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  
 $E(I_0) = -300,8$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 32,10$  kohm·cm<sup>2</sup>.

Microstructura corespunzătoare probei 7 (AISI 304L sudat), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.58.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x

c) miez, MO 500x

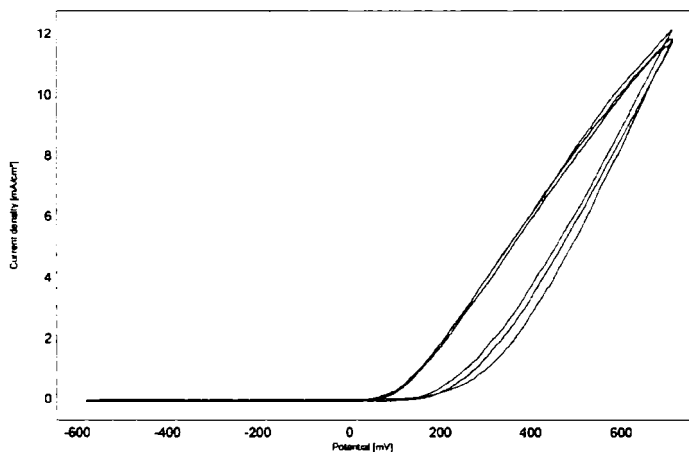
**Figura 3.58** Microfografiile corespunzătoare probei 7 (AISI 304L sudat)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncimea de 37  $\mu\text{m}$  în suprafață. Nu se constată apariția coroziunii generalizate și nici oxizi în suprafață. Structura miezului nu este afectată în urma încercării la coroziune.

### **Proba 8 recoaptă în mediu neutru – material AISI 304L**

Compoziția chimică a materialului AISI 304L, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.31.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 8, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.59.

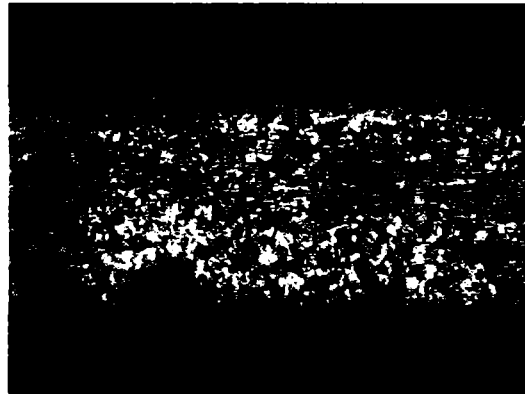
**Figura 3.59** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 8 (AISI 304L recoapt în mediu neutru)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 25 mV și 650 mV, corespunzător unei densități de curent de 12  $\text{mA}/\text{cm}^2$ . Curbele de polarizare au aspect regulat și se suprapun atât pe ramura anodică, cât și pe cea catodică. Comportamentul este stabil în timp. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune:  $12,43 \mu\text{m}/\text{an}$ ;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  
 $E(I_0) = -289,9\text{mV}$ ;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 94,05 \text{ kohm}\cdot\text{cm}^2$ .

Microstructura corespunzătoare probei 8 (AISI 304L recopt în mediu neutru), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.60.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x



c) miez, MO 500x

**Figura 3.60** Microfografiile corespunzătoare probei 8 (AISI 304L recopt în mediu neutru)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la  $37^\circ\text{C}$ ), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncimea de  $51 \mu\text{m}$  în suprafață. Nu se remarcă alt tip de coroziune, iar structura miezului nu este afectată.

### **Proba 9 recoaptă în mediu oxidant – material AISI 304L**

Compoziția chimică a materialului AISI 304L, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.31.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 9, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.61.

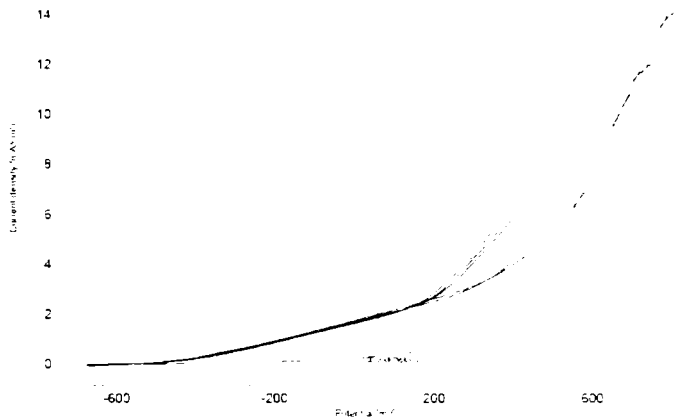
Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ  $-500 \text{ mV}$  și  $850 \text{ mV}$ , corespunzător unei densități de curent de aproximativ  $15 \text{ mA}/\text{cm}^2$ .



Curbele de polarizare tind să se suprapună după primul ciclu. Suprafață activă inițial, dar cu tendințe de stabilizare. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune:  $82,37 \mu\text{m}/\text{an}$ ;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  
 $E(I_0) = -452,1 \text{ mV}$ ;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 5,01 \text{ kohm}\cdot\text{cm}^2$ .

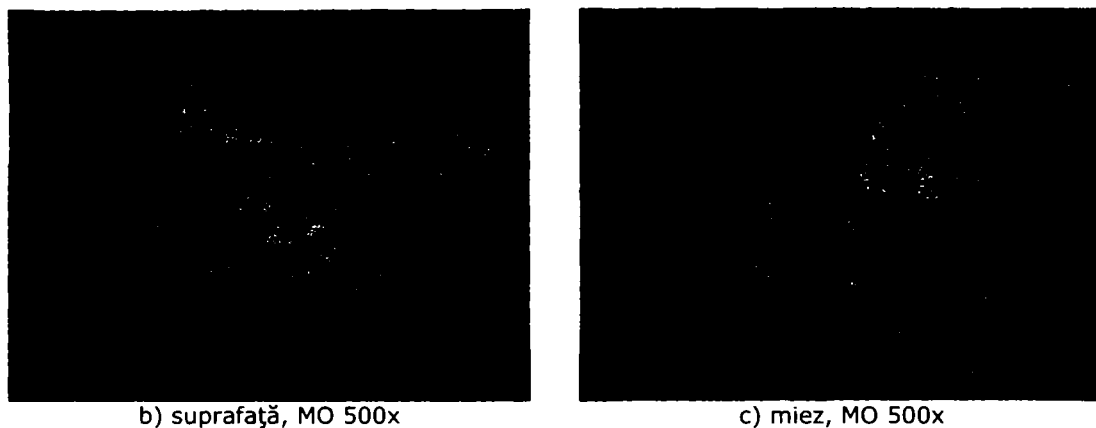


**Figura 3.61** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 9 (AISI 304L recopt în mediu oxidant)

Microstructura corespunzătoare probei 9 (AISI 304L recopt în mediu oxidant), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.62.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x

c) miez, MO 500x

**Figura 3.62** Microfografiile corespunzătoare probei 9 (AISI 304L recopt în mediu oxidant)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncimea de aproximativ 63  $\mu\text{m}$  în suprafață. Se remarcă coroziune intercristalină, atât în suprafață, cât și în miezul probei.

### **Proba 10 laminată la rece – material AISI 316**

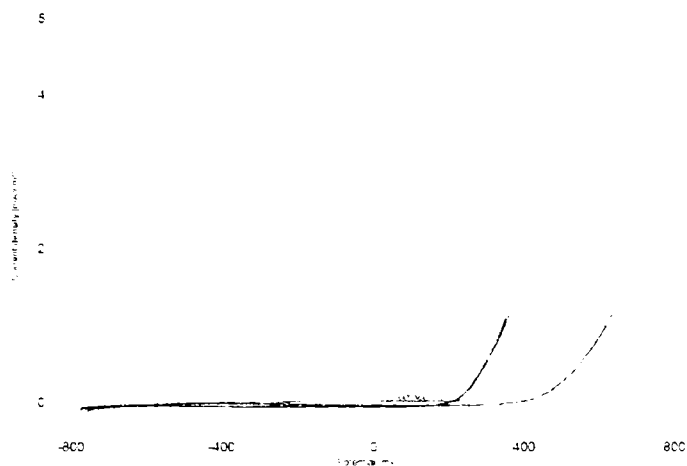
Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.32.

**Tabelul 3.32** Compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic AISI 316

<i>Elementul</i>	<i>Încercarea 1 (%)</i>	<i>Încercarea 2 (%)</i>	<i>Încercarea 3 (%)</i>	<i>Încercarea 4 (%)</i>	<i>Media (%)</i>	<i>Abaterea standard (%)</i>
Fe	68.50	68.51	68.34	68.36	68.43	0.0894
C	0.0556	0.0553	0.0537	0.0541	0.0546	0.0011
Si	0.3368	0.3069	0.3116	0.3126	0.3170	0.0135
Mn	0.7922	0.7697	0.7600	0.7761	0.7745	0.0135
P	0.0334	0.0217	0.0252	0.0226	0.0257	0.0053
S	<0.003	<0.004	0.0057	0.0086	0.0056	0.0022
Cr	17.02	16.63	16.78	16.68	16.78	0.1743
Ni	9.64	10.36	10.21	10.20	10.10	0.3166
Mo	2.148	1.883	2.053	2.099	2.046	0.1149
Cu	0.2593	0.2893	0.2679	0.2891	0.2764	0.0152
Ti	0.0132	0.0109	0.0122	0.0116	0.0120	0.0010
Nb	0.0128	<0.001	<0.008	<0.006	<0.007	0.0048
Co	0.1130	0.0979	0.1061	0.0970	0.1035	0.0075

Compoziția chimică a oțelului AISI 316 se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 10, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.63.



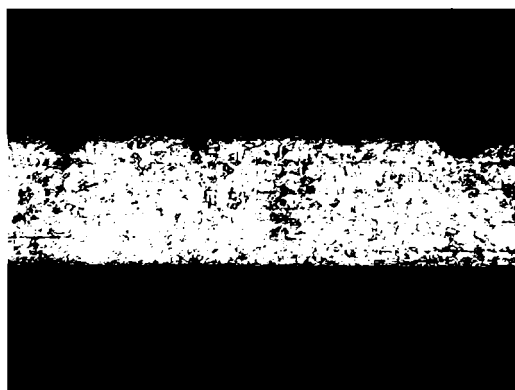
**Figura 3.63** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 10 (AISI 316 laminat la rece)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 200 mV și 800 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 5 mA/ cm<sup>2</sup>. Curbele de polarizare își păstrează alura și prezintă o tendință de suprapunere pe ramura catodică. Suprafața devine mai activă la valori mari ale densității de curent.

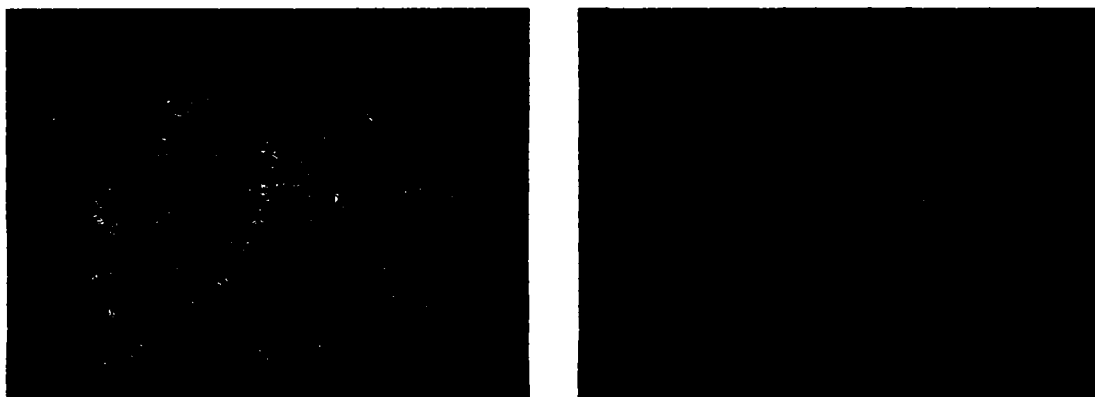
Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 59,42 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  
 $E(I_0) = -391,2$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 15,37$  kohm·cm<sup>2</sup>.

Microstructura corespunzătoare probei 10 (AISI 316 laminat la rece), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.64.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x

c) miez, MO 500x

**Figura 3.64** Microfografiile corespunzătoare probei 10 (AISI 316 laminat la rece)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncime de aproximativ 35  $\mu\text{m}$ . Nu se remarcă alt tip de coroziune în material.

#### **Proba 11 laminată la rece – material AISI 321**

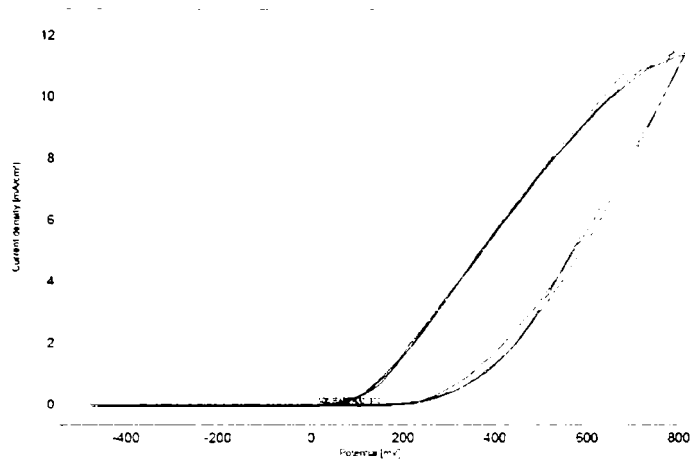
Compoziția chimică a materialului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.33.

**Tabelul 3.33** Compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic AISI 321

<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1 (%)</b>	<b>Încercarea 2 (%)</b>	<b>Încercarea 3 (%)</b>	<b>Încercarea 4 (%)</b>	<b>Media (%)</b>	<b>Abaterea standard (%)</b>
Fe	70.70	70.89	70.78	71.04	70.85	0.1480
C	0.0363	0.0384	0.0413	0.0370	0.0383	0.0022
Si	0.5225	0.5234	0.5521	0.5323	0.5326	0.0137
Mn	0.8450	0.8521	0.8667	0.8551	0.8547	0.0091
P	>0.040	0.0391	>0.046	>0.043	>0.042	0.0032
S	0.0075	0.0082	0.0101	0.0102	0.0090	0.0013
Cr	17.15	17.08	17.29	17.03	17.14	0.1130
Ni	9.323	9.187	8.984	9.113	9.152	0.1417
Mo	0.6028	0.5938	0.6538	0.5540	0.6011	0.0410
Cu	0.2320	0.2295	0.2153	0.2300	0.2267	0.0077
Ti	0.2867	0.2845	0.2885	0.2762	0.2840	0.0054
Nb	<0.000	<0.000	<0.002	<0.000	<0.000	0.0014
Co	0.1561	0.1685	0.1665	0.1746	0.1664	0.0077

Compoziția chimică a oțelului AISI 321 se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 11, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.65.



**Figura 3.65** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 11 (AISI 321 laminat la rece)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 50 mV și 800 mV, corespunzător unei densități de curent de 12 mA/ cm<sup>2</sup>. Curbele de polarizare au aspect regulat și se suprapun atât pe ramura anodică, cât și pe cea catodică. Comportament stabil în timp. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 29,01 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  $E(I_0) = -336,0$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 21,89$  kohm·cm<sup>2</sup>.

Microstructura corespunzătoare probei 11 (AISI 321 laminat la rece), după pregătirea metalografică și atacul chimic, se prezintă în figura 3.66.



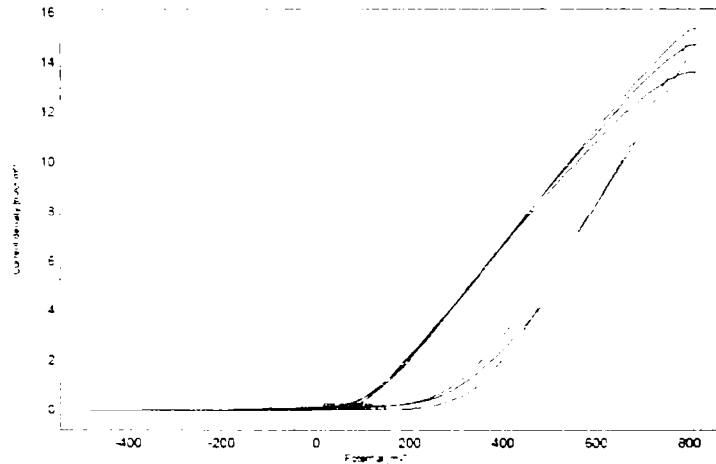
**Figura 3.66** Microstructura corespunzătoare probei 11 (AISI 321 laminat la rece), MO 500x

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncime de aproximativ 10 μm. Se observă o ușoară tendință spre coroziune generalizată.

**Proba 12 sudată – material AISI 321**

Compoziția chimică a materialului AISI 321, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.33.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 12, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.67.



**Figura 3.67** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 12 (AISI 321 sudată)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 50 mV și 800 mV, corespunzător unei densități de curent de aproximativ 15,5 mA/cm<sup>2</sup>. Curbele de polarizare își păstrează alura și prezintă o tendință de suprapunere pe ramura catodică. O tendință ușoară de stabilizare în timp a suprafeței. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 6,861 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  $E(I_0) = -267,8$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 75,68$  kohm·cm<sup>2</sup>.

Microstructura corespunzătoare probei 12 (AISI 321 sudată), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.68.



a) MO 200x



b) suprafață, MO 500x

c) miez, MO 500x

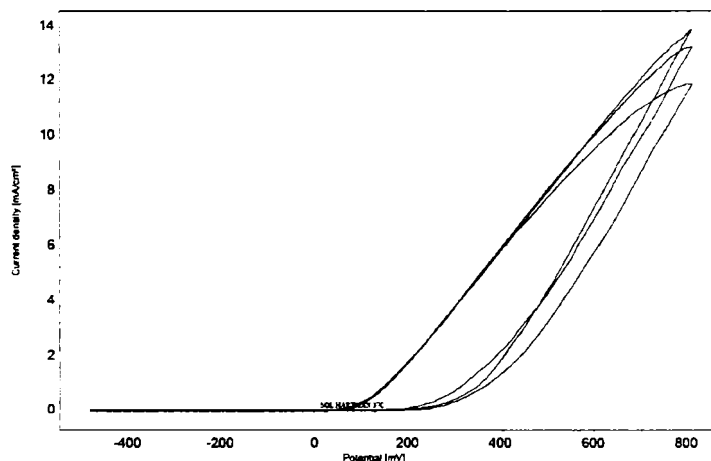
**Figura 3.68** Microfografiile corespunzătoare probei 12 (AISI 321 sudat)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncime de aproximativ 30  $\mu\text{m}$  în suprafață. Nu se observă alt tip de coroziune și nici oxizi în suprafață.

### **Proba 13 recoaptă în mediu neutru – material AISI 321**

Compoziția chimică a materialului AISI 321, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.33.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 13, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.69.

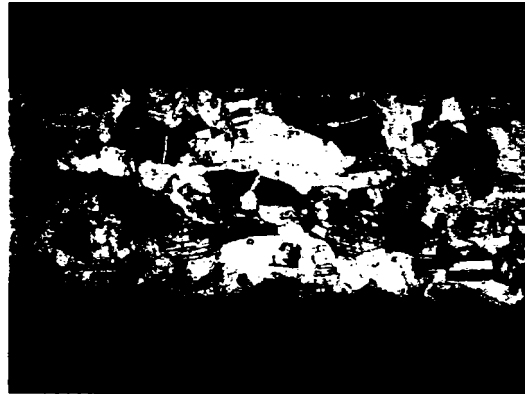
**Figura 3.69** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 13 (AISI 321 recoapt în mediu neutru)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 50 mV și 800 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 14 mA/  $\text{cm}^2$ . Curbele de polarizare își păstrează alura și prezintă o tendință de suprapunere pe ramura catodică. O tendință ușoară de stabilizare în timp a suprafeței. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

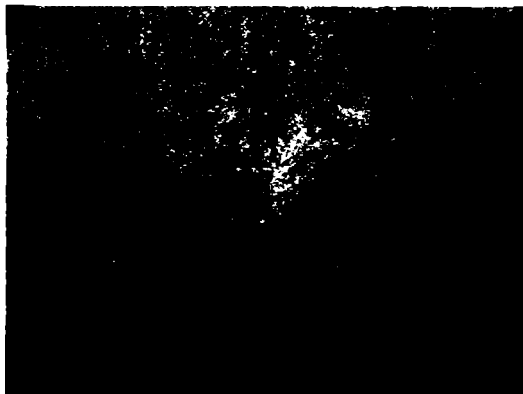
Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune:  $5,777 \mu\text{m}/\text{an}$ ;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  
 $E(I_0) = -270,8 \text{ mV}$ ;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 83,95 \text{ kohm}\cdot\text{cm}^2$ .

Microstructura corespunzătoare probei 13 (AISI 321 recopt în mediu neutru), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.70.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x



c) miez, MO 500x

**Figura 3.70** Microfografiile corespunzătoare probei 13 (AISI 321 recopt în mediu neutru)

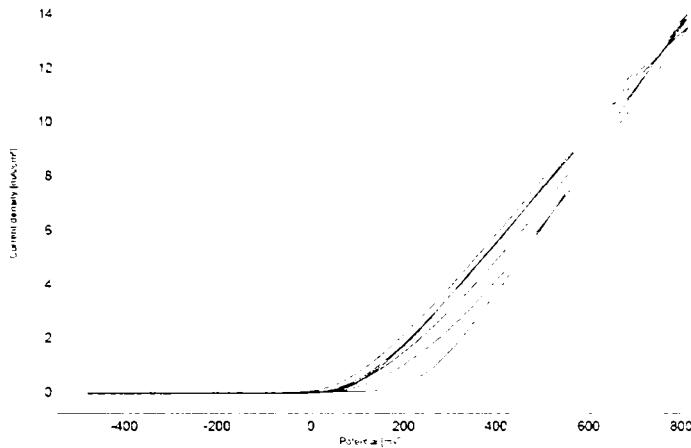
Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la  $37 \text{ }^\circ\text{C}$ ), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncimea de aproximativ  $18 \mu\text{m}$  în suprafață. Nu se observă alt tip de coroziune și nici oxizi în suprafață.

#### **Proba 14 recoaptă în mediu oxidant – material AISI 321**

Compoziția chimică a materialului AISI 321, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică, se prezintă în tabelul 3.33.

Aspectul curbelor de coroziune pentru proba 14, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 3.71.





**Figura 3.71** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel pentru proba 14 (AISI 321 recopt în mediu oxidant)

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ -50 mV și 800 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 14 mA/ cm<sup>2</sup>. Curbele de polarizare au aspect regulat și se suprapun atât pe ramura anodică, cât și pe cea catodică. Tendință de stabilizare după primul ciclu. Nu se observă procese secundare de oxidare de suprafață.

Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 9,797 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  $E(I_0) = -284,2$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 52,85$  kohm·cm<sup>2</sup>.

Microstructura corespunzătoare probei 14 (AISI 321 recopt în mediu neutru), după pregătirea metalografică și atacul chimic, la diferite mărimi, se prezintă în figura 3.72.



a) MO 100x



b) suprafață, MO 500x

c) miez, MO 500x

**Figura 3.72** Microfografiile corespunzătoare probei 14 (AISI 321 recopt în mediu oxidant)

Se observă că, după încercarea la coroziune în mediu biologic simulat (soluție Hartman la 37 °C), proba a fost supusă coroziunii în puncte (pitting), pe o adâncimea de aproximativ 35  $\mu\text{m}$  în suprafață. În suprafață se observă un strat fin de oxizi și o ușoară tendință spre coroziune generalizată, cu toate că viteza de coroziune este relativ mică.

### **Concluzii**

Rezultatele obținute sunt conforme cu cele din literatură, pe aceleași materiale și în condiții similare [36]. Programul de încercări a permis stabilirea efectelor unor operații tehnologice asupra comportării la coroziune a oțelurilor inoxidabile în medii biologice.

Curbele de coroziune indică viteze de coroziune definite în funcție de natura și starea materialului (comportament bun la coroziune pentru materialul AISI 321, viteză de coroziune de 5,777  $\mu\text{m}/\text{an}$  pentru starea recoapt în mediu neutru și sudat (6,861  $\mu\text{m}/\text{an}$ ) și comportament mai slab pentru oțelul laminat la rece AISI 316 (59,42  $\mu\text{m}/\text{an}$ ), pentru oțelul AISI 316L laminat cu grad de deformare de 50% (19,47  $\mu\text{m}/\text{an}$ ) și pentru oțelul AISI 304L recopt în mediu oxidant (82,37  $\mu\text{m}/\text{an}$ ). Creșterea vitezei de coroziune crește la grade de deformare mari și la recoaceri incomplete sau în medii oxidante.

Analizele microstructurale confirmă concluziile obținute din curbele de coroziune, adâncimile de coroziune în puncte și apariția altor forme de coroziune fiind dependente de gradul de deformare al oțelului și de starea în care se află (adâncime de coroziune de 63  $\mu\text{m}$  pentru oțelul AISI 304L recopt în mediu oxidant).

## **3.6 Prevenirea coroziunii**

Multe dintre metodele tradiționale de controlare a coroziunii nu pot fi utilizate pentru implantele chirurgicale, deoarece mediul din organismul uman nu poate fi modificat. Din acest motiv trebuie urmate un număr de etape pentru a reduce riscul coroziunii ce duce la avariarea implantelor chirurgicale [72], [146].

### **Acoperiri sau tratamente de suprafață**

Acoperirea materialelor este o metodă utilizată pe scară largă pentru a controla coroziunea. Aceste acoperiri au o utilizare limitată în protejarea implantelor,

deoarece multe dintre acestea (în special dispozitivele ortopedice) sunt suspectate de uzare și abraziune, procese ce pot avaria majoritatea straturilor depuse [81], [82].

Acoperirile care pot fi utilizate includ filmele de titan sau nitrură de titan asupra aliajelor cu memoria formei Ni-Ti [152] și placarea oțelurilor inoxidabile feritice cu conținut ridicat de Cr cu metale alcalino-pământoase. Rezistența slabă la frecare a aliajului Ti-6Al-4V reprezintă cel mai serios inconvenient în utilizarea lui ca material pentru implantate. Astfel, au fost dedicate eforturi considerabile pentru îmbunătățirea proprietăților lui de suprafață. Tehnicile ce au oferit cele mai încurajatoare rezultate sunt anodizarea [38] și generarea acoperirii cu nitrură de titan prin implantarea de ioni [17], pulverizarea în câmp magnetic [61] sau nitrurare [148], [153].

### **Controlul calității**

Multe avarii datorate coroziunii implantelor chirurgicale se explică prin controlul slab al calității. Problemele provin, de obicei, din punctul de vedere al liniei de aprovizionare. În primul rând, producătorul trebuie să respecte standardele potrivite (de exemplu, seria de standarde SR ISO 5832 părțile 1-14 din anii 1996-2007) pe parcursul fabricației, condițiile metalurgice sau aplicații ale finisării suprafeței implantului [11]. În al doilea rând, deoarece este imposibil de stabilit compoziția unui aliaj metalic prin vizualizarea simplă a acestuia, mărcile de aliaje pentru fiecare componentă trebuie marcate clar, iar aliajele diferite trebuie depozitate separat. Adoptarea sistemului de asigurare a calității recomandat producătorilor și impus prin SR EN ISO 9000: 2006 *Sisteme de management al calității. Principii fundamentale și vocabular*, permite eliminarea acestei categorii de avarii.

### **Reducerea riscului coroziunii galvanice**

Dacă este posibil trebuie evitate cuplurile de metale și aliaje diferite (incluzând diferite mărci de oțeluri inoxidabile). Acest lucru nu este posibil întotdeauna. De exemplu, aliajele de titan nu posedă rezistența la tracțiune necesară pentru utilizarea ca șuruburi sau sârme. Deci, un cuplu galvanic este inevitabil dacă un implant din aliaj de titan trebuie fixat cu șuruburi sau sârme. Dacă o asemenea situație se întâmplă, nu trebuie uitat că oțelurile inoxidabile sunt cele mai vulnerabile la coroziunea galvanică. Acestea trebuie utilizate într-un cuplu ca o ultimă opțiune. De exemplu, fixarea unui implant din aliaj de titan, va fi mult mai bună dacă se utilizează șuruburi din aliaj Co-Cr, decât orice oțel inoxidabil [53], [103], [121].

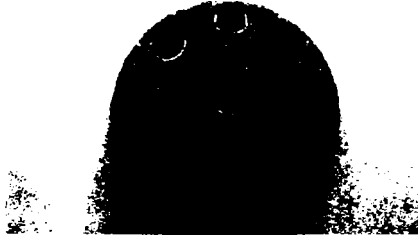
### **Manipularea, sterilizarea și asamblarea**

Zgârieturile sau fisurile mici de pe suprafața implantului pot acționa ca puncte de inițiere pentru ruperea prin oboseală sau pentru coroziune. Astfel, este important ca toate implantele să fie manipulate cu mare grijă și să se evite zgârieturile făcute cu scule chirurgicale. Este preferabilă păstrarea tuturor implantelor în pachete protectoare până la timpul utilizării.

Ionii de clor sunt agresivi pentru majoritatea aliajelor metalice, mai ales la temperaturi ridicate. Astfel, trebuie evitată sterilizarea implantelor în soluții saline. Deși procedura de sterilizare durează puțin timp, este suficient ca o pată mică de coroziune să se dezvolte pe suprafața implantului, pentru a acționa ca punct de inițiere pentru coroziune sau oboseală.

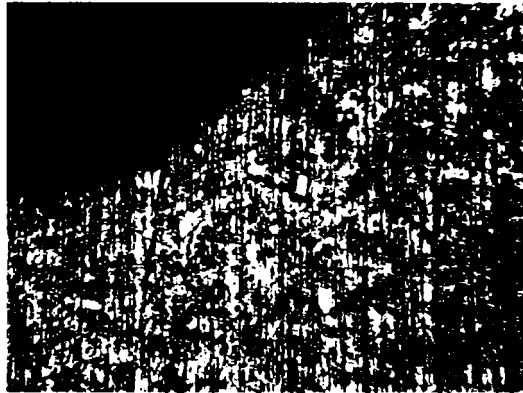
Contaminarea suprafeței unui implant poate duce, de asemenea, la coroziune. Astfel de contaminări pot rezulta din transferul metalelor din instrumentarul chirurgical implantului. Este recomandată respectarea instrucțiunilor pentru prevenirea, spre exemplu, a contactului dintre burghiu și placa de osteosinteză [103]. Când se asambează implantele, trebuie evitată formarea fisurilor. Astfel, importanța fixării stabile constă în evitarea suprasolicitării, pentru a reduce riscurile oboselii mecanice, a oboselii la coroziune și a frecării. Sugestiile asupra îmbunătățirii fixării, cuprind:

- Acoperirea prin pulverizare în plasmă cu un strat de titan (figura 3.73) pe implantate din titan pur comercial sau din aliaje de titan [100];



**Figura 3.73** Componentă a unei articulații de șold (cupă acetabulară) din titan pur comercial acoperită cu un strat de titan poros

- Rugozitate corespunzătoare pentru implantate din titan sau aliaje de titan, ce vin în contact cu osul sau pentru cele acoperite superficial pentru un contact bun cu țesutul osos (figura 3.74);



**Figura 3.74** Suprafață rugoasă a unui implant de titan acoperit cu un strat de hidroxiapatită, MO 100x

- Acoperirea electrolică a implantelor de titan cu un strat de oxid de titan [42] pentru creșterea rezistenței la coroziune (figura 3.75);



**Figura 3.75** Suprafață a unui plăcuțe de osteosinteză din titan acoperit cu un strat de oxid de titan, MO 200x (lumină polarizată)

- Acoperirea cu un strat de hidroxiapatită aderentă puternic, care să fuzioneze cu osul în creștere [55] (figura 3.76).



**Figura 3.76** Tijă de șold acoperită cu un strat puternic aderent de hidroxiapatită

Stratul de hidroxiapatită poate fi depus prin diferite procedee (pulverizare termică sau depunere chimică) și asigură atât protecția anticorozivă, cât și o legătură mai bună a implantului cu osul.

### **Concluzii**

1. Diversele procedee tehnologice de prelucrare a materialelor metalice biocompatibile (deformare plastică, sudare, tratamente termice) au ca efect modificări structurale, care conduc la creșterea vitezei de coroziune în medii biologice.
2. Deformarea plastică la rece favorizează, în mod special, creșterea vitezei la coroziune sub tensiune, ca urmare a tensiunilor remanente din material.
3. Încercările experimentale au confirmat faptul că existența unei zone afectate termic prin sudare, tensiunile remanente de valori mari sau alterarea suprafeței prin oxidare au ca efect o creștere importantă a vitezei de coroziune.
4. Analizele metalografice efectuate pe probele încercate la coroziune au pus în evidență, în primul rând, coroziunea prin puncte în zonele afectate prin prelucrări anterioare.

# 4. STUDII ȘI CERCETĂRI PRIVIND UTILIZAREA OȚELURILOR INOXIDABILE FĂRĂ NICHEL LA REALIZAREA IMPLANTELOR OSOASE

## 4.1 Necesitatea utilizării oțelurilor inoxidabile fără nichel

Nichelul ca metal pur, aliajele pe bază de nichel și oțelurile inoxidabile austenitice, care conțin proporții mari de nichel au fost larg utilizate în ultimii ani în cele mai diferite domenii ale tehnicii, datorită avantajelor specifice pe care nichelul le conferă acestor materiale metalice. Este evident faptul că multe dintre elementele care definesc actualul standard ridicat de viață, nu ar fi fost posibile fără participarea nichelului la aceste aliaje, ceea ce presupune că, cel puțin în viitorul apropiat, nichelul va rămâne unul dintre elementele de aliere esențiale pentru multe dintre materialele metalice pentru care se impun performanțe deosebite.

Aliajele care conțin nichel ca element de aliere sunt utilizate în foarte multe produse, care ajung în contact cu diferite zone ale corpului uman, cum sunt: monedele, ustensilele de bucătărie, ceasurile de mână, bijuteriile, cataramele, etc. De asemenea, nichelul este foarte adesea utilizat și în materialele destinate dispozitivelor medicale, cum sunt protezele și implantele.

În ultimii ani s-a dovedit faptul că, la contactul direct cu pielea sau prin respirație sau inhalare, aliajele care conțin nichel pot provoca o serie de reacții alergice.

Creșterea numărului de reacții alergice datorate nichelului impune deja o serie de limite în utilizarea acestuia ca element de aliere în material și de înlocuire a aliajelor care conțin nichel cu materiale care nu emit ioni toxici de nichel la contactul cu organismul uman.

Alergia este un fenomen de hipersensibilitate, care se manifestă prin faptul că organismul uman poate suferi reacții patologice la contactul repetat cu o substanță antigenă. În general, toate metalele pot cauza alergii, dar nichelul este un element reprezentativ pentru acest aspect, în primul rând, pentru că este un alergen foarte puternic, dar și pentru că are un domeniu larg de utilizare.

În cazul alergiilor datorate nichelului, ionii de nichel acționează ca substanțe antigene, care pot cauza inflamații cutanate, limitate, în general, la zonele în care există un contact direct între piele și material. În cazul bijuteriilor și al ceasurilor de mână, acestea provoacă o transpirație agresivă, care cauzează eliberarea ionilor de nichel. Ionii de metal sunt absorbiți de epidermă, care este în contact direct cu materialul metalic. Ionii de nichel sunt semi-antigeni, devenind antigeni după combinarea cu o proteină specifică a epidermei, acționând apoi ca alergeni. Celulele Langerhans recunosc antigenii și îi transportă în nodurile limfei regionale, unde se instalează în aria paracorticală. Odată ce au atins o limită specifică, are loc sensibilizarea combinată cu formarea a două noi populații de limfocite. Acestea conțin așa numitele celule cu memorie, care înmagazinează memoria alergenului în contact, iar celulele efectoare vor declanșa reacția alergică în momentul unui nou contact cu antigenul.

Odată ce o persoană este sensibilizată la ionii de nichel, reacția alergică efectivă poate fi declanșată de o cantitate mult mai mică decât cea care a fost necesară pentru sensibilizare [171]. Pentru a stabili efectul alergologic al unui aliaj, trebuie să se facă diferența dintre „potențialul de sensibilizare” (abilitatea de a sensibiliza o persoană care nu a mai fost alergică înainte) și „potențialul de evocare” (abilitatea unui aliaj de a evoca reacție alergică la persoane care sunt deja sensibilizate) [171].

În timp ce potențialul de sensibilizare poate fi testat cu ușurință pe un grup de persoane deja sensibilizate, testarea potențialului de sensibilizare implică probleme etice, deoarece un singur test poate sensibiliza o persoană pentru tot restul vieții. Astfel, pentru restricționarea utilizării aliajelor pentru aplicații specifice ce conțin nichel, *Consiliul European* a emis *Directiva 94/27/EC din 30 iunie 1994*, care spune că nichelul și aliajele acestuia nu se pot utiliza decât în anumite condiții (concentrația de nichel mai mică decât 0,05% în asamblurile inserate în părți perforate ale corpului și viteza eliberării nichelului mai mică de 0,5  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ -săptămână pentru produsele ce vin în contact direct cu pielea) [171].

Pentru testarea respectării limitei de 0,5  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ -săptămână, este propus testul DMG, cu dimetilglicoxin. Pentru acest test, o bucată de bumbac se înmoaie într-o soluție alcoolică de DMG și este frecată de obiectul de încercat. Dacă bumbacul se înroșește, este probabil ca pragul de 0,5  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ -săptămână să fie depășit. Această metodă nu este însă unanim acceptată, deoarece, pentru unele persoane sensibilizate, reacția alergică poate fi declanșată chiar și la cantități mai mici decât cele care pot fi identificate de testul DMG. În unele cazuri, cantități extrem de mici de nichel, care au ajuns în organism prin intermediul produselor alimentare (cacao, ciocolată, alune, produse de soia, pătrunjel, etc.) pot contribui la reacția alergică.

Numărul femeilor afectate de alergie la nichel s-a dublat în fiecare decadă în ultimul timp, iar printre bărbați acest număr a crescut dramatic. Dermatologii presupun sensibilizarea la nichel a circa 13% din populație. Principalul motiv al sensibilizării este utilizarea bijuteriilor, dar și utilizarea ustensilelor care conțin nichel. În plus, poluarea globală a mediului înconjurător este, de asemenea, un motiv semnificativ pentru numărul în creștere al populației afectate. Creșterea continuă a conținutului de nichel din apă, pământ și organisme vii conduce la reacții alergice din ce în ce mai frecvente.

Cea mai sigură metodă pentru limitarea alergiilor la nichel este, în mod evident, eliminarea oricărei urme de nichel din materialele care pot ajunge în contact cu corpul uman. Nu există nici o îndoială că utilizarea produselor fără nichel poate preveni pe scară largă alergiile. Testul DMG este insuficient pentru a indica dacă un material este predispus de a declanșa sau nu o alergie. Din punct de vedere medical, nu există nici o singură valoare limită care să decidă dacă are loc sau nu o reacție alergică.

Materialele pe bază de fier, cum sunt oțelurile prevăzute pentru aplicații în care poate avea loc o asemenea alergie, nu trebuie să conțină nichel. Această cerință este destul de greu de îndeplinit întrucât, chiar și oțelurile proiectate fără nichel pot conține câteva procente de nichel, provenit din procesul de producție. În acest caz, numai o rezistență ridicată la coroziune poate asigura faptul că nu se vor dizolva ioni de Ni din materialul în contact cu organismul.

Oțelurile fără Ni rezistente la coroziune sunt produse actualmente în toată lumea. Cu numai câteva excepții, aceste oțeluri au o structură feritică sau martensitică, sunt feromagnetice și, din păcate, fragile. Nevoia de oțeluri fără nichel, rezistente la coroziune și ductile a devenit atractivă și provocatoare pentru

cercetătorii de materiale ce lucrează în domeniul dezvoltării oțelurilor. Aceste oțeluri au o microstructură caracteristică de austenită. Exemple de mărci de oțeluri inoxidabile austenitice fără nichel sunt:

- Aliajul *BioDur 108* produs de firma Carpenter Technology Corporation, USA, cu max. 0,1% Ni;
- Oțelul *P558* produs de Böhler Edelstahl GmbH, Kapfenberg, Austria cu Ni sub 0,2%;
- Oțelul *P2000* (X13 CrMnMoN 17-14-3) produs de Energietechnik Essen GmbH, Germania, cu max. 0,3% Ni.

## 4.2 Reglementări privind utilizarea oțelurilor inoxidabile fără nichel

**Directiva Consiliului 94/27/EC din 30 iunie 1994** privind restricția utilizării nichelului face referire în Anexă la următoarele aspecte ale interzicerii utilizării nichelului și compușilor acestora [218]:

- în ansamblurile ulterioare care sunt inserate în urechile perforate și alte părți perforate ale corpului uman pe parcursul epitelizării răni cauzate de perforare, fie dacă este înlăturată sau nu, fie dacă asemenea ansambluri ulterioare sunt omogene, iar concentrația Ni, exprimată ca masa Ni din masa totală, este sub 0,05%;
- în produsele care vin în contact direct și prelungit cu pielea, cum sunt: cerceii; colierele, brățările și lanțurile, brățările de gleznă, inelele de degete, butonii, fermoarele, nasturii, metale de marcaj, când acestea sunt utilizate la îmbrăcăminte,

dacă viteza eliberării Ni din piesele acestor produse ce vin în contact direct și prelungit cu pielea este mai mare decât  $0,5 \mu\text{g}/\text{cm}^2\cdot\text{săptămână}$ ;

- în produsele menționate mai sus, dacă acestea nu au o acoperire care să asigure faptul că eliberarea de nichel din piesele acestor produse vin în contact direct și prelungit cu pielea și nu depășesc  $0,5 \mu\text{g}/\text{cm}^2\cdot\text{săptămână}$  pentru o perioadă de cel puțin 2 ani a unei utilizări normale a produsului.

Aceste produse specificate în Directiva 94/27/EC/1994 nu pot să fie introduse pe piață dacă nu respectă cerințele menționate.

**Legea 2000 Nr. 1668 din iunie 2000 privind substanțele periculoase** a Comisiei pentru Siguranță și Sănătate din Marea Britanie interzice aprovizionarea produselor ce conțin nichel și compuși ai acestuia, prin specificațiile Directivei 94/27/EC/1994 [218].

În plus, această lege face referire la standardele de metodă de încercare BS EN 1810: 1998 [229], BS EN 1811: 1999 [230], BS EN 12472: 1999 [228], care trebuie utilizate pentru a demonstra conformitatea produselor la care se face referire în Directiva 94/27/EC/1994 și la interzicerea aprovizionării cu produse ce conțin nichel și vin în contact direct și prelungit cu pielea și depășesc viteza de eliberare de  $0,5 \mu\text{g}/\text{cm}^2\cdot\text{săptămână}$ .

**Standardul BS EN 1810: 1998 The Reference Test Method for Nickel Content – BODY-PIERCING POST ASSEMBLIES - REFERENCE TEST METHOD FOR DETERMINATION OF NICKEL CONTENT BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY [Metoda de încercare de referință pentru conținutul de nichel – Ansambluri ulterioare pentru locuri perforate –**



**Metoda de încercare de referință pentru determinarea conținutului de nichel prin spectrometrie de absorbție atomică cu flacără]** specifică o metodă pentru determinarea conținutului de nichel din ansamblurile inserate ulterior în urechile perforate și alte părți perforate din corpul uman pe parcursul epitelizării răniilor cauzate de perforare și se referă la conținutul de nichel din aluminiu, titan, cupru, argint, aur și aliajele acestora, precum și din oțeluri. Metoda este cea a spectrometriei de absorbție atomică cu flacără și se bazează pe atomizarea într-o flacără de aer-acetilenă cu ajutorul unui spectrometru de absorbție atomică, soluția testată fiind un fragment din proba încercată dizolvat într-un acid mediu [218].

Conform BS EN 1810: 1998 [229], buletinul de încercare pentru fiecare determinare trebuie să conțină următoarele informații:

- identificarea probei, incluzând sursa, data primirii, forma;
- procedura de prelevare a probei;
- referințele și o scurtă descriere a metodei utilizate;
- dacă a fost detectat vreun strat superficial;
- rezultatul testului de eliberare a nichelului pentru detectarea prezenței acestuia în suprafață;
- conținutul de nichel exprimat în  $\mu\text{g/ml}$ ;
- dacă este relevant, abaterile de la metoda standard;
- orice caracteristici neobișnuite observate în timpul determinării;
- data testului;
- identificarea supraveghetorului de laborator asupra analizei;
- semnătura managerului laboratorului sau a operatorului.

**Standardul BS EN 1811: 1999 The Reference Test Method for Nickel Release – REFERENCE TEST METHOD FOR RELEASE OF NICKEL FROM PRODUCTS INTENDED TO COME INTO DIRECT AND PROLONGED CONTACT WITH THE SKIN [Metoda de încercare de referință pentru eliberarea de nichel – Metoda de încercare de referință pentru eliberarea de nichel din produse intenționate a veni în contact direct și prelungit cu pielea]** descrie metoda utilizată pentru a determina dacă nichelul eliberat din produsele proiectate pentru a veni în contact direct și prelungit cu pielea nu depășește  $0,5 \mu\text{g/cm}^2\text{-săptămână}$ . Metoda se bazează pe simularea eliberării nichelului din produsele de consum [218].

Principiul metodei se bazează pe plasarea produsului testat într-o soluție de transpirație artificială timp de o săptămână. Concentrația de nichel dizolvat în soluție ( $\mu\text{g/cm}^2\text{-săptămână}$ ) este determinată prin spectrometrie de absorbție atomică sau altă metodologie analitică asemănătoare.

Conform BS EN 1811: 1999 [230], buletinul de încercare pentru fiecare determinare trebuie să conțină următoarele informații:

- identificarea probei, incluzând sursa, data primirii, forma;
- procedura de prelevare a probei;
- referințele și o scurtă descriere a metodei utilizate;
- descrierea ariei probei, incluzând mărimea acesteia, exprimată în centimetri pătrați;
- volumul soluției de încercat utilizate;
- nichelul eliberat și ajustarea rezultatelor analitice;
- dacă este relevant, abaterile de la metoda standard;
- orice caracteristici neobișnuite observate în timpul determinării;
- datele de începere și realizare a testului;
- identificarea supraveghetorului analizei;

- semnătura managerului laboratorului sau a operatorului.

**Standardul BS EN 12472: 1999 A Method for the Simulation of Wear and Corrosion of Coated Items – WEAR AND CORROSION TEST FOR THE DETECTION OF NICKEL RELEASE FROM COATED ITEMS [Metodă pentru simularea produselor acoperite la uzare și coroziune – Încercare la uzare și coroziune pentru detectarea eliberării nichelului din produsele acoperite]** descrie o metodă de acelerare a uzării și coroziunii utilizată pentru detectarea eliberării de nichel din produsele acoperite, aflate în contact direct și prelungit cu pielea. Uzarea obiectelor în contact cu pielea depinde foarte mult de natura și forma obiectelor și de activitățile persoanei implicate. Scopul acestei încercări este de a evidenția dependența de timp a uzării și coroziunii unei acoperiri în utilizare normală [218].

Principiul metodei descrisă în BS EN 12472: 1999 [228] se bazează pe expunerea produselor testate într-o atmosferă corozivă înainte de a fi plasate într-un recipient împreună cu aşchii abrazive, apă și un agent de umectare. Recipientul este rotit astfel încât piesele testate să fie supuse frecării cu aşchiile abrazive. Produsele sunt apoi testate pentru conținutul de nichel eliberat conform metodei descrise în standardul BS EN 1811: 1999 [230].

Conform BS EN 12472: 1999 [228], buletinul de încercare, în acord cu BS EN 1811: 1999, trebuie să conțină următoarele informații:

- referințe și o scurtă descriere a metodei utilizate pentru tratamentul de uzare și coroziune;
- abateri de la metoda utilizată în standard;
- orice caracteristici neobișnuite observate în timpul testării sau observații.

**Standardul prEN 12471: 1998 A Screening Test for Nickel Release – SCREENING TEST FOR NICKEL RELEASE FROM ALLOYS AND COATINGS IN CONSUMER ITEMS THAT COME INTO DIRECT AND PROLONGED CONTACT WITH THE SKIN [Metodă de sortare a eliberării de nichel – Testul de sortare pentru eliberarea de nichel din aliaje și acoperiri ale produselor de consum ce vin în contact direct și prelungit cu pielea]** descrie o metodă de sortare rapidă, bazată pe utilizarea dimetilglicoxinei, potrivită pentru evaluarea eliberării de nichel din produse ce vin în contact direct și prelungit cu pielea, cu referire specială la alergiile la nichel. Acest test poate fi făcut chiar de utilizatori [218].

Principiul metodei descrisă în prEN 12471: 1998 [240] se bazează pe formarea unui compus de culoare roșie atunci când ionii de nichel vin în contact direct cu soluția de dimetilglicoxin în prezența amoniacului. Condițiile de încercare pot simula influența transpirației atunci când obiectul este în contact cu pielea. Metoda descrisă de standard oferă rezultate în scurt timp. Rezultatul este elocvent și reprezintă un ghid de evaluare a obiectelor care eliberează nichel. Indivizii care realizează acest test trebuie să vadă normal culorile.

Conform prEN 12471: 1998 [240], buletinul de încercare pentru produsele testate în condiții de laborator trebuie să conțină următoarele informații:

- identificarea probei, incluzând sursa, data primirii, forma;
- procedura de prelevare a probei;
- referințele și o scurtă descriere a metodei utilizate;
- concluzia privind eliberarea de nichel (pozitivă, negativă sau îndoielnică) cu specificarea părții obiectului testat;
- abaterile de la metoda standard;
- orice caracteristici neobișnuite observate în timpul determinării;

- data testării;
- identificarea supraveghetorului analizei;
- semnătura managerului laboratorului sau a operatorului.

**Directiva 2004/96/EC din 27 septembrie 2004** privind restricțiile pe piață și utilizarea nichelului în ansamblurile ulterioare pentru părțile perforate, specifică faptul că este permisă utilizarea nichelului în toate ansamblurile care ulterior sunt inserate în urechile perforate și alte părți perforate ale corpului uman cu o viteză de eliberare a nichelului (limita de migrare) mai mică de 0,2  $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ -săptămână [218].

### 4.3 Direcții de dezvoltare ale oțelurilor inoxidabile fără nichel

Conform cerințelor specificate anterior, pentru ca un oțel inoxidabil să poată fi folosit cu succes ca material biocompatibil, trebuie să asigure următoarele cerințe:

- absența nichelului;
- absența feromagnetismului;
- rezistență ridicată la coroziune;
- proprietăți mecanice bune, incluzând: ductilitate, rezistență ridicată la oboseală, rezistență ridicată la uzare;
- comportare bună la lustruire (pentru ceasuri de mână și bijuterii).

Cerințele pentru a fi neferomagnetic pot fi ușor respectate prin evitarea oricărei faze feritice sau dezvoltarea unui oțel cu microstură austenică, fără ferită delta ( $F_\delta$ ). Diagrama Schaffler modificată [151] (figura 4.1) indică faptul că asemenea aliaje trebuie să aibă Ni echivalent suficient pentru a obține un aliaj deasupra liniei de separație austenită – duplex.

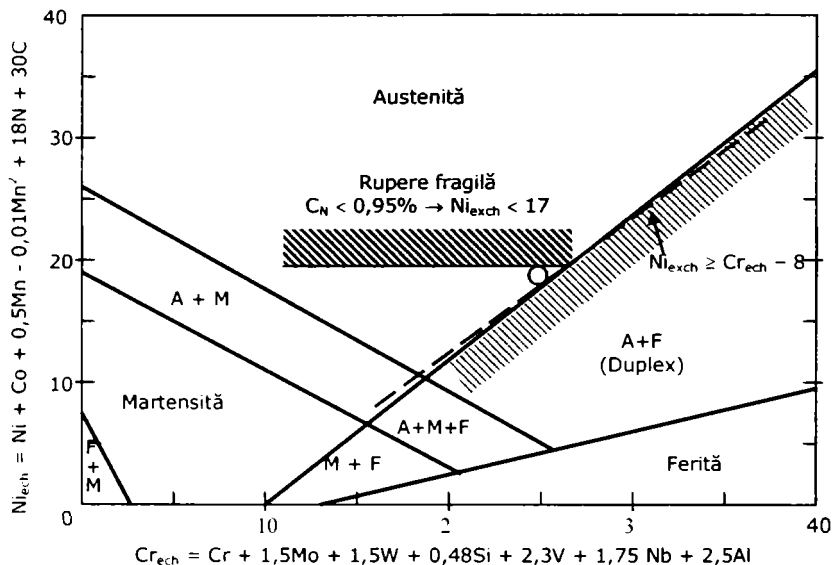
Deoarece această linie este înclinată la aproximativ 45°, condiția de evitare a feritei delta, prin elementele de aliere, poate fi exprimată prin următoarea relație:

$$\text{Ni echivalent } Ni_{\text{ech}} \geq \text{Cr echivalent } Cr_{\text{ech}} - 8 \quad (4.1)$$

în care:

$$Ni_{\text{ech}} = \%Ni + \%Co + 0,5\% Mn - 0,01(\%Mn)^2 + 18\% N + 30\% C$$

$$Cr_{\text{ech}} = \%Cr + 1,5\% Mo + 1,5\% W + 0,5\% Si + 2,3\% V + 1,75\% Nb$$



**Figura 4.1** Pentru evitarea feritei delta și a ruperii fragile, Ni echivalent și concentrația de N trebuie menținute între limitele definite

Astfel, pentru aliajele care, datorită compoziției lor chimice, au o valoare mare a  $Cr_{ech}$ , este necesară și o valoare mare a  $Ni_{ech}$  pentru a obține o microstructură austenitică. Cum utilizarea nichelului nu este o soluție acceptată, sunt necesare alte elemente de aliere pentru a stabili austenita. Conform ecuației (4.1), elementele posibile ce stabilizează austenita sunt cobaltul, carbonul, manganul, și azotul. Dintre acestea, cobaltul are efecte similare cu cele ale nichelului din punctul de vedere al comportamentului alergologic și, în plus, este extrem de costisitor, fiind departe de a fi acceptabil. Carbonul este foarte eficient la creșterea  $Ni_{ech}$ , dar cantități mici de carbon fac să favorizeze coroziunea unui aliaj, ceea ce impune păstrarea conținutului de carbon sub 0,1%.

Conținuturi prea mari de mangan intensifică formarea fazelor intermetalice și diminuează rezistența la coroziune [24]. Astfel, conținutul de mangan trebuie limitat clar sub 18%, preferabil o concentrație de 10 – 12%, care este optimă, deoarece la peste 10% Mn austenita este ușor destabilizată.

Cel mai potrivit element pentru a stabili faza austenită este azotul. Deci, noua dezvoltare a oțelurilor fără nichel sunt cele austenitice, în care nichelul este înlocuit de azot ( $Ni_{ech} = 18 \times \%N$ ). Rezistența la coroziune a oțelurilor austenitice aliate cu azot este determinată, în primul rând, de conținuturile de Cr, Mo și N. Parametrul care caracterizează rezistența la coroziune în puncte ( $PREN = \%Cr + 3,3 \cdot \%Mo + 20 \cdot \%N$ ) oferă o primă estimare a rezistenței împotriva coroziunii localizate în soluții saline [170]:

Conform factorului de rezistență la coroziune în puncte (PREN), o rezistență ridicată la coroziune poate fi obținută printr-o aliere ponderată cu Cr, Mo și N. Evident, un conținut ridicat de azot are două efecte benefice: suprimă formarea feritei delta și, în plus, îmbunătățește substanțial echivalentul coroziunii în puncte. Este esențial de reținut că există, totuși, o limită superioară pentru conținutul de azot ca element de aliere. Această limită se datorează faptului că oțelurile austenitice Cr-Mn-N fără nichel prezintă o tranziție ductil – fragil, care este, de obicei, cunoscută numai la materialele feritice [172]. Temperatura de tranziție ductil

– fragil DBTT este puternic afectată de conținutul de N din aliaj. Aceasta poate fi calculată conform ecuației (4.2):

$$DBTT = 300C_N - 30 \text{ [K]} \quad (4.2)$$

$C_N$  – conținutul de azot în procente masice

Aplicațiile oțelurilor fără nichel în organismul uman și în exteriorul acestuia necesită o temperatură de tranziție ductil spre fragil sub temperatura camerei, de exemplu, este acceptabilă o temperatură de circa  $-20^\circ\text{C}$ . Aceasta implică, conform ecuației (4.2), restricționarea conținutului de azot la aproximativ 0,95% vol. O asemenea limită superioară pentru conținutul de azot are consecințe imediate asupra  $N_{\text{ech}}$  și  $Cr_{\text{ech}}$ : sunt limitate de o valoare limită superioară. Se poate concluziona că, trebuie menținut un conținut de azot de maxim 0,9%. Conținutul maxim de Cr și Mo trebui să fie de 24%.

Efectele de stabilizare a austenitei și de asigurare a rezistenței la coroziune sunt obținute atâta timp cât azotul se află în soluție solidă. O condiție primară pentru aceste influențe benefice este solubilitatea ridicată a N în aliaj. La conținuturi de azot ridicate de 0,9%, solubilitatea poate fi asigurată prin adăugarea de mangan.

Luând în considerare toate cerințele și condițiile primare, un oțel austenitic fără nichel poate avea următoarea compoziție [171]:

$$(Cr+1,5Mo) \approx 23\% \quad Mn \approx 11\% \quad N \approx 0,9\%$$

### **Metalurgia azotului**

Pentru a obține un conținut ridicat de azot, trebuie luată în considerare influența a doi factori descriși cu ajutorul legii rădăcinii pătrate a lui Sievert [90]:

$$[\%N] = \frac{0.0396}{f_N} \cdot \sqrt{P_{N_2}} \quad (4.3)$$

$$\log f_N = e_{Cr}^N \cdot [\%Cr] + e_N^C \cdot [\%C] + \dots$$

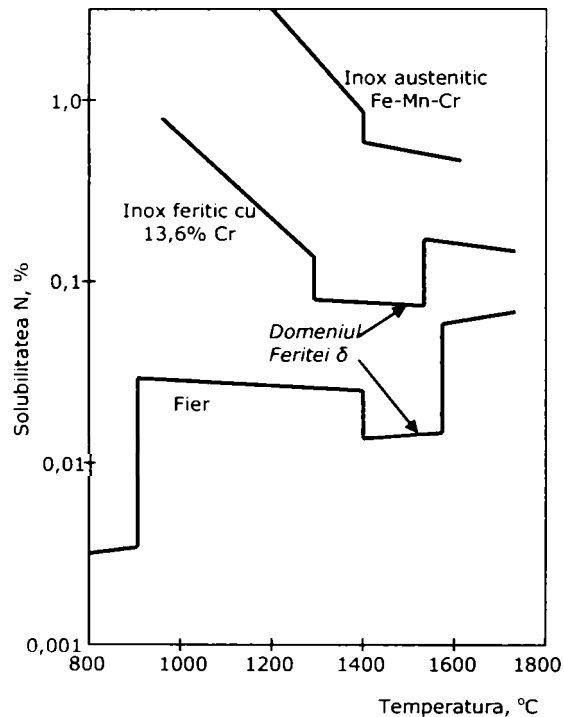
Conform acestei legi, solubilitatea azotului depinde, pe de o parte, de compoziția aliajului, iar pe de altă parte, de presiunea parțială a azotului. În fierul ARMCO, la presiune atmosferică poate fi dizolvat numai 0,04% azot.

În tabelul 4.1 [90] se prezintă influența elementelor de aliere asupra solubilității azotului. O solubilitate ridicată este favorizată de elementele V, Nb și Ti, ce nu pot fi adăugate în cantități semnificative, deoarece formează nitruri.

**Tabelul 4.1** Parametri pentru calcularea solubilității N la  $1600^\circ\text{C}$

<b>Element</b>	<b>Parametrul <math>e_N</math></b>	
C	+ 0,125	Reduc solubilitatea
Si	+ 0,065	
Ni	+ 0,01	
W	- 0,0015	Cresc solubilitatea
Mo	- 0,01	
Mn	-0,02	
Cr	- 0,045	
V	- 0,11	
Nb	- 0,06	
Ti	-0,053	

În figura 4.2 [90] se prezintă solubilitatea caracteristică a azotului în fierul Armco, în oțeluri feritice cu 13% Cr și în oțeluri austenitice.



**Figura 4.2** Solubilitatea N în fier

Se poate observa că:

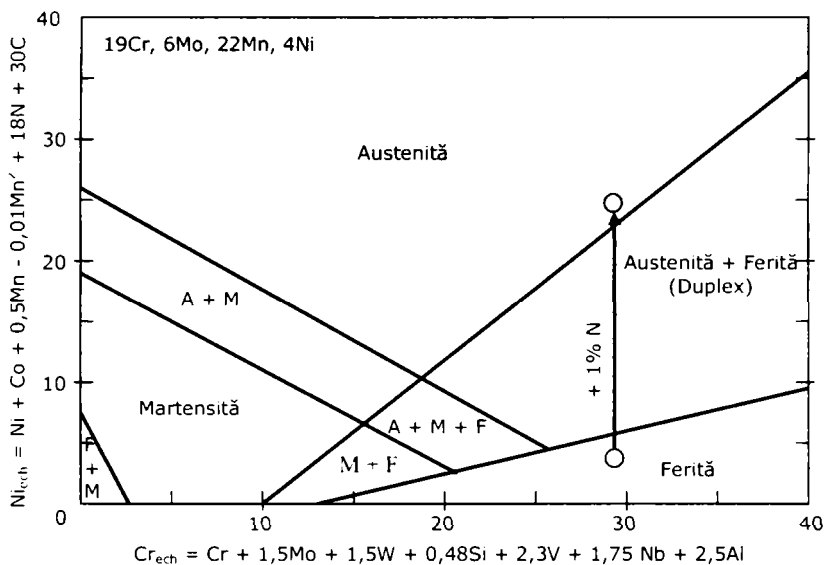
- Manganul și cromul măresc puternic solubilitatea azotului;
- Solubilitatea azotului este mai mică în ferită decât în austenită. Valoarea redusă a solubilității în intervalul de existență a feritei  $\delta$  poate conduce la pierderea de azot în intervalul de solidificare, ceea ce conduce la apariția porozității în cazul formării feritei  $\delta$ ;
- Solubilitatea în austenită crește cu descreșterea temperaturii, care are semnificație la tratamentele termice. În acest interval de temperatură, la presiunea atmosferică, nu are loc pierderea azotului.

Al doilea factor de influență în stabilirea conținutului de azot este presiunea parțială a azotului (conținutul de azot dizolvat crește prin rădăcina pătrată a presiunii parțiale). Pentru fabricarea metalurgică secundară a oțelurilor cu conținut ridicat de azot, se recomandă topirea și solidificarea sub presiune.

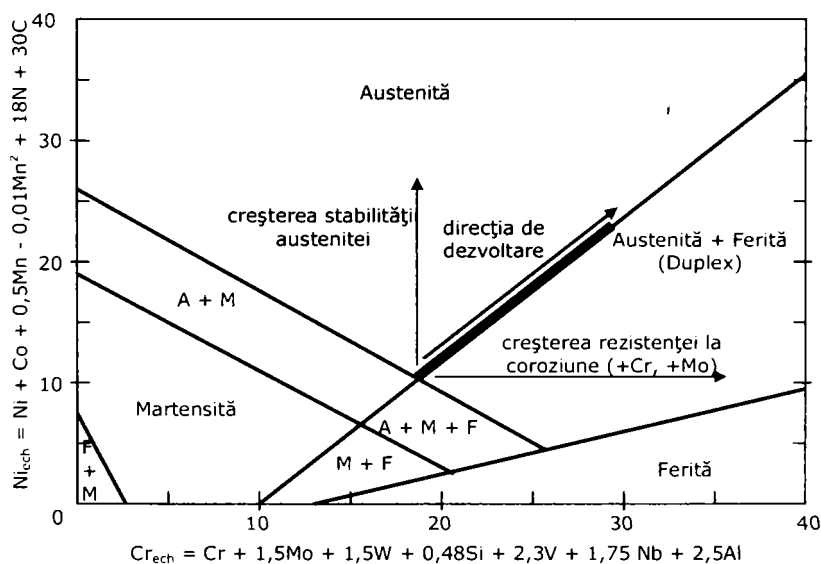
În figura 4.3 [90] se prezintă caracterul de formare a austenitei cu ajutorul azotului pe diagrama Shaffler modificată. Se constată că, prin adăugarea de 1% N, un aliaj pur feritic devine complet austenitic.

Direcția de dezvoltare a aliajului se prezintă schematic în figura 4.4 [90].

Datorită cerințelor contradictorii de creștere a stabilității austenitei (prin utilizarea elementelor  $\gamma$ -gene), și a rezistenței la coroziune (obținută, de obicei, prin utilizarea elementelor  $\alpha$ -gene Cr și Mo), dezvoltarea aliajelor are loc întotdeauna în domeniul austenitic de-a lungul liniei de delimitare față de domeniul Duplex (F+A). Azotul mărește stabilitatea austenitei și rezistența la coroziune și previne formarea fazei  $\sigma$ .



**Figura 4.3** Influența N asupra structurii cristaline



**Figura 4.4** Dezvoltarea oțelurilor austenitice biocompatibile cu N

Oțelurile inoxidabile austenitice ce conțin Ni trebuie să respecte următoarele cerințe:

- Rezistență ridicată și tenacitate bună, pentru a asigura stabilitatea formei și protejarea împotriva ruperii cu riscuri asociate de răniri;
- Rezistență de încovoiere la oboseală, pentru a garanta proprietățile necesare de prelucrare și protecția împotriva ruperii la oboseală;
- Rezistență bună la coroziune și uzare, pentru a evita eliberarea compușilor nocivi din aliaj și a o reduce la minim, pentru a preveni fisurarea datorată coroziunii localizate;
- Comportare bună la lustruire;

- Disponibilitate pe piață și preț scăzut.

Pe baza acestor cerințe, pot deriva următorii parametri necesari în dezvoltarea unui nou aliaj:

- Să nu conțină nichel;
- Rezistența cea mai mare posibilă, în stare recoaptă, prin soluția solidă de durificare interstițială și de substituție și prin microstructura de recristalizare cu grăunți fini. Călirea prin precipitare nu este recomandată, deoarece duce la pierderea tenacității și a rezistenței la coroziune;
- Rezistență ridicată la coroziune sub tensiune și în puncte (PREN  $\approx$  %Cr+3,3% Mo +25% N);
- Tenacitate adecvată (structură fără ferită  $\delta$ , fază  $\sigma$  și precipități);
- Plasticitate bună la rece și potențial ridicat pentru ecrusare, fără formarea martensitei;
- Comportament paramagnetic conferit de stabilitatea microstructurii austenitice;
- Grad ridicat de puritate, pentru a face posibilă lustruirea cu o suprafață de înaltă calitate, pentru produsul finit.

Dezvoltarea oțelurilor inoxidabile austenitice fără nichel se bazează pe o bună experiență, câștigată cu alte oțeluri cu conținut de N [154], [169]. În acest context, se ține seama de influența următoarelor elemente de aliere:

- *Azotul* în soluție solidă îmbunătățește duritatea, rezistența mecanică și rezistența la coroziune și oferă un potențial mare pentru ecrusare și o puternică stabilizare a austenitei. Deoarece, la conținuturi ridicate de azot, rezistența la coroziune și tenacitatea scad drastic ca rezultat al evitării precipitărilor de  $Cr_2N$ , trebuie determinată limita superioară a conținutului de azot potrivit din punct de vedere tehnic.
- *Cromul* este principalul element de aliere pentru oțelurile rezistente la coroziune și la un conținut minim de 13% duce la pasivizare. Deoarece cromul cauzează un nivel ridicat de formare a feritei, conținuturile foarte mari sunt problematice, având în vedere necesitatea stabilității austenitei. Cromul are contribuții semnificative la creșterea solubilității azotului.
- *Manganul* duce, de asemenea, la creșterea solubilității azotului și ajută la stabilizarea microstructurii austenitei. Spre deosebire de nichel, manganul este un element esențial pentru corpul uman și este biocompatibil.
- *Molibdenul* crește solubilitatea azotului, dar în primul rând, conduce la o îmbunătățire însemnată a proprietăților de rezistență la coroziune. Asemănător cromului, cantități mari de molibden duc la formarea feritei  $\delta$  și fazei  $\sigma$ .
- *Carbonul* are o influență negativă asupra rezistenței la coroziune și a solubilității azotului și trebuie păstrat în cantități minime.
- *Nichelul* trebuie să fie prezent doar ca urme sau ca impurități, un conținut mai mic de 0,2% corespunde cerințelor pentru dispozitive medicale. Conținuturile mult mai mici de 0,2% duc la costuri suplimentare considerabile.

În ultimul timp, industria dispozitivelor medicale a exprimat un interes deosebit pentru utilizarea oțelurilor inoxidabile fără nichel, biocompatibile, ca o alternativă a aliajelor obișnuite utilizate la confecționarea dispozitivelor implantabile ortopedice, cum sunt șuruburile osoase, componentele pentru fixări ale coloanei vertebrale, componente ale articulațiilor de genunchi și șold și alte instrumente medicale fabricate curent din aliaje convenționale ce conțin Ni.



În plus, biocompatibilitatea acestor aplicații necesită, de regulă, nivele mari ale rezistenței, tenacității și rezistenței la coroziune și la oboseală.

**Aliajul BioDur 108** este un oțel inoxidabil austenic fără nichel produs de firma Carpenter Technology Corporation [200]. Aliajul are un conținut ridicat de azot, care îi conferă structura austenitică. Astfel, acest aliaj are rezistența la tracțiune și oboseală îmbunătățite față de aliajele cu nichel, cum sunt: AISI 316L (ASTM F138), aliajul 22Cr-13Ni-5Mn (ASTM F1314) și aliajul 734 (ASTM F1586). Rezistența aliajului BioDur 108 la coroziune în puncte și coroziune cavernoasă este superioară oțelului inoxidabil AISI 316L și echivalentă cu cea a aliajelor 22Cr-13Ni-5Mn și 734. BioDur 108 este produs prin procesul de retopire al zgurei (ESR – Electro-Slag Remelting), pentru a-i asigura puritatea și integritatea structurală [200]. Aliajul nu este feromagnetic și nu conține fază de ferită. În tabelul 4.2 se prezintă compoziția chimică a acestui oțel inoxidabil.

**Tabelul 4.2** Compoziția chimică a aliajului BioDur108 (Număr UNS S29108)

<b>Compoziția chimică, %</b>										
C	P	Si	Ni	Cu	Fe	Mn	S	Cr	Mo	N
max.	max.	max.	max.	max.			max.			min.
0,08	0,030	0,75	0,10	0,25	rest	21-24	0,010	19-23	0,5-1,5	0,9

poate conține 0,05% Ni rest

Aliajul BioDur 108 se recomandă pentru utilizare în aplicații ce necesită rezistență mecanică ridicată și rezistență la coroziune, fiind foarte potrivit pentru aplicații ortopedice implantabile cum sunt: șuruburile de oase, componentele de fixare ale coloanei vertebrale, componentele pentru protezele de șold și genunchi, bijuteriile hipoalergenice, aplicațiile ortodontice și alte componente de dispozitive medicale implantabile, precum și instrumentarul chirurgical, fabricat prin forjare sau prin așchiere.

În urma testării aliajului BioDur 108 pentru evaluarea biologică conform diferitelor părți ale seriei de standarde SR EN ISO 10993, s-au constatat următoarele [180], [200], [201]:

- Conform SR EN ISO 10993-5: 2003 [267] la testarea pentru citotoxicitate, acest oțel s-a dovedit a nu fi citotoxic și respectă cerințele acestui standard;
- Conform SR EN ISO 10993-10: 2003 [255] la teste pentru iritare și sensibilizare (procedurile de extragere a probelor s-au făcut pe baza standardului SR EN ISO 10993-12: 2005 [257]) oțelul nu a condus la semne de edeme sau necroze, iritarea fiind neglijabilă;
- Conform SR EN ISO 10993-11: 2007 [256] cu procedurile de extragere a probelor pe baza standardului SR EN ISO 10993-12: 2005 [257], nu s-au observat semne de toxicitate sistemică acută și nici de pirogenicitate, oțelul respectând cerințele acestui standard;
- În urma testării conform SR EN ISO 10993-3: 2004 [265] cu procedurile de extragere a probelor pe baza standardului SR EN ISO 10993-12: 2005 [257], oțelul s-a dovedit a nu fi mutagenic și respectă cerințele acestui standard;
- În urma testării conform prEN ISO 10993-6: 2006 [241], testele pentru efecte locale după implantare timp de 14 – 28 zile, oțelul nu a prezentat urme de toxicitate;
- În urma testării conform SR EN ISO 10993-4: 2003 [266] cu procedurile de extragere a probelor pe baza standardului SR EN ISO 10993-12: 2005

[257], oțelul s-a dovedit a nu avea interacțiuni dăunătoare cu sângele și respectă cerințele acestui standard.

Oțelul BioDur 108 are o rezistență la coroziune intergranulară, în puncte și coroziune cavernoasă ridicată, datorită conținutului ridicat de Cr, N și Mo. Sunt indicate a se efectua teste la coroziune; factorii care influențează coroziunea sunt: temperatura, concentrația, pH-ul, impuritățile, viteza, fisurile, condițiile metalurgice, tensiunea, prelucrările finale ale suprafeței și contactul disimilar al metalului [180].

Ca majoritatea oțelurilor austenitice, aliajul BioDur 108 are o tenacitate foarte ridicată. În stare recoaptă, nivelele de energie de impact la temperatura camerei pentru epruvete Charpy cu creștătură în V de 10 mm x 10 mm, poate depăși capacitatea obișnuită a aparatelor de încercare. Oțelurile austenitice cu conținut ridicat de azot prezintă un comportament la tranziția ductil – fragil similar cu al oțelurilor feritice. La oțelul BioDur 108 această tranziție este coborâtă la temperaturi sub 0 °C [180], [200].

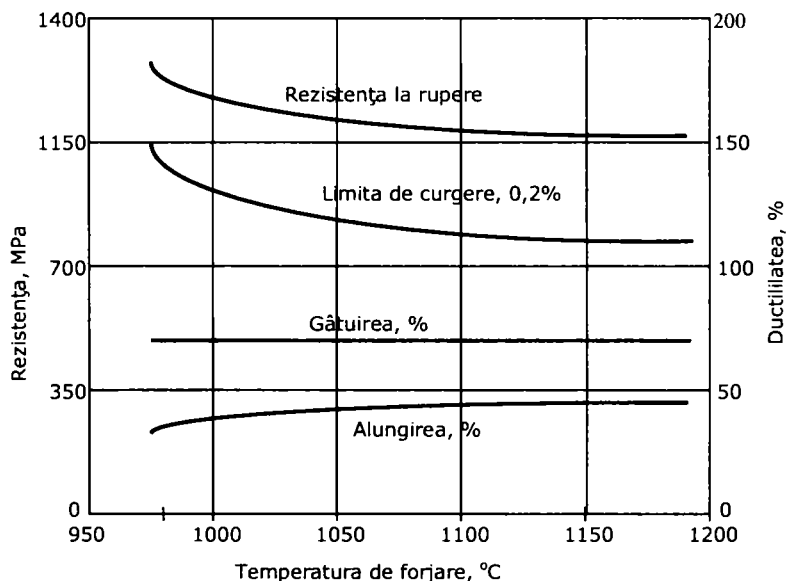
Tratamentul termic specific acestui oțel este călirea de punere în soluție cu încălzire la 1040 – 1150 °C. De obicei, aliajul este încălzit în zona inferioară a intervalului, pentru a păstra o granulație fină, iar răcirea se face rapid, deoarece, răcirea lentă în intervalul 980 – 810 °C, în anumite circumstanțe, poate cauza precipitarea nitrurii de crom ( $\text{Cr}_2\text{N}$ ), care poate afecta în mod negativ rezistența la coroziune și tenacitatea [180], [200]. Poate fi utilizată, în multe cazuri, încălzirea la 1065 °C timp de o oră, urmată de o călire în apă.

Tratamentul termic al aliajului BioDur 108 în atmosferă fără argon duce la formarea unui strat magnetic (feritic) fin pe suprafață, care trebuie înlăturat de pe produsul finit. Acest oțel nu poate fi durificat prin tratament termic, ci prin prelucrare la rece.

Aliajul BioDur 108 poate fi prelucrat la cald prin proceduri similare celor aplicate oțelurilor 22Cr-13Ni-5Mn (ASTM F1314-07 [220]) și 21Cr-10Ni-3Mn (ASTM F1586-02 [221]). La forjare, aliajul se încălzește uniform la o temperatură de 1040 °C – 1200 °C. Forjarea nu se face la temperaturi mai mici de 980 °C. Produsele forjate se răcesc în aer sau se călesc în apă.

După forjare, trebuie să se aplice o recoacere a pieselor. În unele cazuri, călirea în apă după forjare este suficientă și nu mai este nevoie să se aplice recoacerea. În figura 4.5 [200], [201] se prezintă rezistența și ductilitatea în funcție de temperatura de forjare a aliajului BioDur 108.

Aliajul BioDur 108 poate fi prelucrat prin proceduri similare cu cele utilizate pentru aliajele 22Cr-13Ni-5Mn (ASTM F1314-07 [220]) și 21Cr-10Ni-3Mn (ASTM F1586-02 [221]). Trebuie să fie menținută o tăiere continuă, pentru a evita durificarea prin prelucrare, luându-se în considerare o viteză mică spre medie, o viteză medie de avans și utilizarea sculelor rigide, menținute ascuțite pe tot parcursul prelucrării [200]. Fluidul de răcire trebuie să fie de tipul celor sulfurizate sau clorurate.



**Figura 4.5** Rezistența și ductilitatea aliajului BioDur 108 funcție de temperatura de forjare

În utilizarea la fabricarea dispozitivelor medicale, aliajul BioDur 108 trebuie să îndeplinească următoarele cerințe metalurgice, conform ASTM F1314-07 [220]:

- Materialul nu trebuie să prezinte fază de ferită, când este examinat metalografic la o mărire de 100x;
- Incluziunile nemetalice nu trebuie să depășească punctajul prezentat în tabelul 4.3 [200], [201], [220] pentru diferite tipuri de incluziuni.

**Tabelul 4.3** Tipuri de incluziuni și punctajele permise

Tipul de incluziuni	A (Sulfuri)	B (Oxizi de Al)	C (Silicați)	D (Oxizi globulari)
Fine	1,5	2,5	2,5	2,5
Mari	1,5	1,5	1,5	1,5

La încercările efectuate după standardele ASTM, BioDur 108 a prezentat rezistență ridicată în stare recoaptă și prelucrată la cald, iar rezistența sa la coroziune echivalentă este mai mare decât a oțelului AISI 316L. Testele de biocompatibilitate au fost favorabile, calificând acest oțel ca un material candidat în aplicații pentru biomateriale.

Datorită faptului că oțelul are un conținut ridicat de azot, oferă o excelentă rezistență la coroziune în puncte și coroziune cavernoasă, care sunt critice pentru materialele utilizate la fabricarea multor dispozitive medicale.

Valorile comparative pentru oțelul AISI 316L și BioDur 108 în ceea ce privește rezistența echivalentă în puncte (PREN), măsurată în procente masice la încercarea de coroziune în puncte în clorură ferică, conform ASTM G48-03 *Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution – Method A – Ferric chloride pitting test* [215] și la încercarea de coroziune cavernoasă în funcție de temperatură, conform ASTM G48-03 *Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution –*

*Method D – Critical crevice temperature test for nickel-base and chromium-bearing alloys* (CCT) [215] sunt prezentate în tabelul 4.4 [180].

**Tabelul 4.4** Proprietăți comparative la coroziune

Tipul de oțel	PREN	Pierdere în greutate la coroziune în puncte 25°C/72h	CCT* (calculat)	CCT (măsurat)
BioDur 108	31	0,0 mg	9°C	10°C
316L	27,4	-	-7,6°C	-5°C

\* - Temperatura critică la fisurare corozivă efectuată în 6% FeCl<sub>3</sub> + 1% HCl

Limitele de coroziune la oboseală în soluție de apă distilată și în soluție Ringer standard de la 37 °C au confirmat rezistența relativă la coroziune a aliajelor comparate. În plus, aliajul BioDur 108 îndeplinește cerințele pentru rezistența la coroziune intergranulară, conform ASTM A262-02ae3 [219].

În concluzie, aliajul fără nichel demonstrează nivele ridicate de rezistență, tenacitate de impact, rezistență la coroziune și oboseală comparativ cu alte oțeluri inoxidabile austenitice și poate fi considerat un material îmbunătățit pentru aplicații implantabile și de instrumentar chirurgical.

Alte două biomateriale din clasa oțelurilor austenice, cu cantitate neglijabilă de nichel sunt **P558** și **P2000**.

Oțelul P558 este recunoscut pe scară largă a avea proprietăți mecanice bune, excelentă rezistență la coroziune și o eliberare neglijabilă de ioni toxici, conținutul de nichel fiind mai mic de 0,20% [166]. Acest tip de oțel inoxidabil este un material ce poate fi utilizat cu succes la protezele medicale cu caracteristici limitate de prelucrare [49].

Oțelul inoxidabil austenitic fără Ni P2000 (X13 CrMnMoN 17-14-3) este standardizat în Germania cu codul DIN 1.4452 și este un oțel Cr-Mn-N pentru componente tehnologice avansate, retopit sub presiune mare. Proprietățile speciale ale acestui material nou dezvoltat de către Energietechnik Essen GmbH sunt: rezistență excelentă la coroziune; limită de curgere ridicată; ductilitate bună; potențial ridicat de ecruisare; permeabilitate magnetică slabă; biocompatibilitate.

Aplicații ale oțelului P2000 sunt: componente pentru generatoare de energie; inginerie mecanică generală; tehnologie medicală; implante chirurgicale; industria ceasurilor și a bijuteriilor.

Compoziția chimică a oțelului se prezintă în tabelul 4.5 [208]:

**Tabelul 4.5** Compoziția chimică a oțelului P2000

	C, %	Si, %	Mn, %	P, %	N, %	Al, %	Cr, %	Mo, %	Ni, %	V, %	Nb, %
min	-	-	12,00	-	0,75	-	16,00	2,50	-	-	-
max	0,15	1,00	16,00	0,05	1	1,10	20,00	4,20	0,30	0,20	0,25

Prelucrarea la cald are loc la o temperatură de 1220 – 1020 °C, cu călire în apă sau în aer. Comparativ cu oțelurile austenitice convenționale, acest oțel necesită tensiuni de deformare ridicate [208].

Tratamentul termic presupune încălzirea la 1120 – 1150 °C în atmosferă inertă, cu timp de menținere în funcție de cantitatea de material recopt și răcire în apă.

În tabelul 4.6 se prezintă proprietățile mecanice ale materialului în funcție de temperatură, iar în tabelul 4.7 în funcție de viteza de deformare [208].

Rezistența la oboseală a unei probe din oțel P2000 lustruită mecanic este  $\sigma_a \approx 320 \text{ N/mm}^2$ , în timp ce a unei probe lustruită electrolytic este  $\sigma_a \approx 375 \text{ N/mm}^2$ .

Rezistența la oboseală influențată de coroziune a unei probe lustruită electrochimic în soluție Ringer (0,9% NaCl) este  $\sigma_a \approx 320 \text{ N/mm}^2$ .

**Tabelul 4.6** Proprietățile mecanice ale unei probe recoapte de P2000 în funcție de temperatură

Temperatura încercării, °C	Modulul de elasticitate E, GPa	R <sub>p0,2</sub> MPa	R <sub>m</sub> MPa	A <sub>5</sub> %	Z, %
temp. ambiantă	185	615	930	56,2	77,5
50	-	525	912	51,8	76
100	-	440	846	55,7	77
200	-	332	773	58,2	76
300	-	331	747	60,0	79
400	-	356	722	55,0	81
500	-	342	672	45,3	78

**Tabelul 4.7** Proprietățile mecanice ale unei bare recoapte de P2000 în funcție de viteza de deformare

Viteza de formare, %	Modulul de elasticitate E, GPa	R <sub>p0,2</sub> MPa	R <sub>m</sub> MPa	A <sub>5</sub> %	Z, %
	185	615	930	56,2	77,5
20	-	1070	1290	25,2	68,5
30	-	1220	1570	16,2	60,5
40	-	1440	1800	10,2	56

Alte valori caracteristice ale oțelului P2000 sunt:

- Modulul de forfecare: 76,0 kN/mm<sup>2</sup> a unei probe recoapte;  
76,2 kN/mm<sup>2</sup> a unei probe prelucrate la rece cu  
R<sub>m</sub> = 1570 MPa;
- Modulul lui Poisson: 0,286 pentru o probă recoaptă;  
0,301 pentru o probă prelucrată la rece;
- Densitatea: 7,77 kg/m<sup>3</sup>;
- Coeficientul de dilatație termică: 15,2 10<sup>-6</sup>/K;
- Conductivitatea electrică specifică: 1,239 MS/m;
- Conductivitatea termică: 17,8 W/m·K;
- Căldura specifică: 511 J/g·K;
- Permeabilitatea magnetică: 1,0016.

Proprietățile chimice ale oțelului P2000 sunt:

- Rezistența la coroziune în puncte: potențialul de coroziune în puncte este U<sub>D</sub> > 900 mV într-o soluție de 3,2% NaCl, (pH 4), 40 °C, flux de gaz N<sub>2</sub>;
- Coroziunea cavernoasă: temperatura pentru coroziune cavernoasă este T<sub>CCC</sub> = 30 °C, măsurată după metoda D din ASTM G48-03 [226];
- Biocompatibilitatea: materialul satisface cerințele de biocompatibilitate în acord cu SR EN ISO 10993-5: 2003 [267].

#### 4.4 Experimentări de laborator privind elaborarea și structura oțelurilor inoxidabile fără nichel

Pentru studiul structurii și proprietăților oțelurilor inoxidabile fără nichel, în cadrul tezei, a fost stabilit un program experimental pentru elaborarea unor aliaje

Fe-Cr-Mn cu caracter inoxidabil și structură austenitică. Elaborarea s-a efectuat în creuzet încălzit prin inducție, în atmosferă de argon, pornind de la un prealiaj care conține aproximativ 13% Cr, la care se adaugă mangan și crom în diferite cantități. Compoziția chimică a prealiajului, determinată experimental prin spectrometrie de emisie optică cu aparatul *ARL QuantoDesk Spectrometer*, se prezintă în tabelul 4.8.

În figura 4.6 se prezintă aspectul aliajului în timpul topirii acestuia, într-un creuzetul de alumină, încălzit prin inducție pe o instalație cu frecvența de 8.000 Hz din *Laboratorul de Tratamente Termice al catedrei SMTT – UPT*.

**Tabelul 4.8** Compoziția chimică a prealiajului utilizat pentru turnare

<i>Elementul</i>	<i>Încercarea 1, %</i>	<i>Încercarea 2, %</i>	<i>Încercarea 3, %</i>	<i>Încercarea 4, %</i>	<i>Media, %</i>	<i>Abateră standard, %</i>
Fe	86.32	86.44	86.45	86.45	86.42	0.0630
C	0.2874	0.0982	0.0891	0.0900	0.1412	0.0975
Si	0.3312	0.3250	0.3197	0.3250	0.3252	0.0047
Mn	0.3324	0.3283	0.3290	0.3293	0.3297	0.0018
P	0.0178	0.0195	0.0181	0.0189	0.0186	0.0008
S	0.0200	0.0169	0.0173	0.0173	0.0179	0.0014
Cr	12.33	12.42	12.43	12.43	12.40	0.0482
Ni	<0.145	<0.137	<0.136	<0.136	<0.139	0.0046
Mo	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Cu	0.0935	0.0915	0.0916	0.0899	0.0916	0.0015
Ti	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	<0.018	<0.015	<0.017	<0.015	<0.017	0.0015



a)



b)



c)

**Figura 4.6** Aspectul materialelor din creuzet în timpul turnării

Au fost efectuate mai multe experimentări preliminare, care au dus la obținerea unor aliaje cu proporții diferite de ferită și austenită.

După determinarea compoziției chimice și analiza metalografică, a fost reținut aliajul nr. 3, obținut după rețeta din tabelul 4.9.

**Tabelul 4.9** Rețeta utilizată pentru obținerea aliajului nr. 3

<b>Nr. probă</b>	<b>Prealiaj, g</b>	<b>Cr, g</b>	<b>Mn, g</b>	<b>Mo, g</b>
3	88,81	6,06	29,07	3

Aspectul aliajului nr. 3 obținut prin turnare se prezintă în figura 4.7.

**Figura 4.7** Aspectul aliajului nr. 3 obținut

Compoziția chimică a aliajului 3 determinată prin spectroscopie de emisie optică cu aparatul *ARL QuantoDesk Spectrometer*, se prezintă în tabelul 4.10.

În figura 4.8 se prezintă diagrama Schaffler pentru poziționarea aliajului obținut.

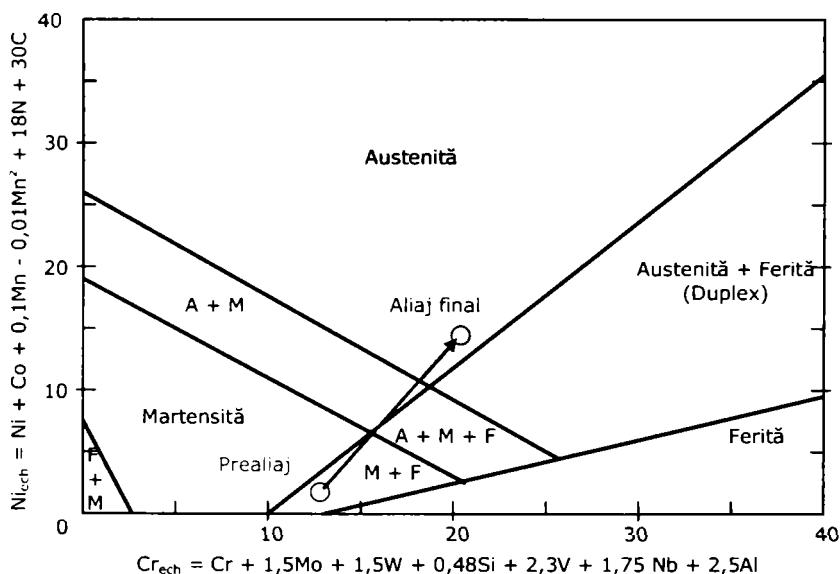
Se observă că aliajul este situat în domeniul austenitic la valori relativ reduse ale nichelului și cromului echivalent.

Pentru analiza metalografică a materialului 3, s-a prelevat și s-a pregătit metalografic o probă în secțiune transversală.

**Tabelul 4.10** Compoziția chimică a materialului 3

<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	57.03	56.65	56.35	56.26	56.57	0.3476

Elementul	Încercarea 1, %	Încercarea 2, %	Încercarea 3, %	Încercarea 4, %	Media, %	Abateră standard, %
C	0.0962	0.0941	0.0837	0.0818	0.0890	0.0073
Si	1.306	1.270	1.288	1.261	1.281	0.0201
Mn	>25.13	>25.75	>26.18	>26.36	>25.85	0.5495
P	0.0110	0.0114	0.0116	0.0116	0.0114	0.0003
S	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Cr	13.07	12.87	12.85	12.76	12.89	0.1298
Ni	<0.097	<0.108	<0.094	<0.093	<0.098	0.0070
Mo	4.030	4.008	3.913	3.934	3.971	0.0564
Cu	0.0914	0.0934	0.0906	0.0925	0.0920	0.0012
Ti	<0.006	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	0.0004
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	0.0406	0.0395	0.0403	0.0378	0.0396	0.0012

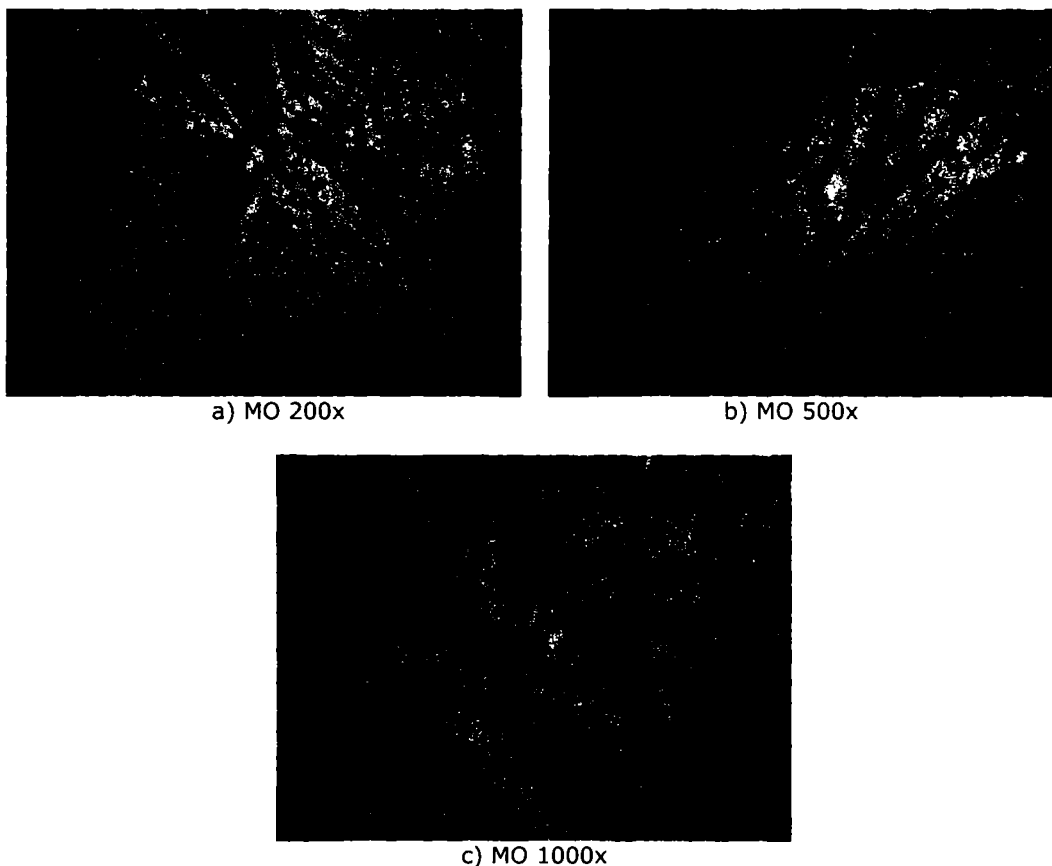


**Figura 4.8** Diagrama Schaffler pentru determinarea structurii aliajului obținut

Amestecul mecanic obținut prin turnare este omogen, defectele întâlnite la materialul 1 nu se regăsesc în structură, materialul obținut având o structură omogenă atât în straturile superficiale, cât și în miez.

În figura 4.9 se prezintă structura zonelor din materialul 3 realizată cu ajutorul *microscopului optic metalografic Olympus BX51M*, după atacul chimic cu reactivul: glicerină 3 ml, acid clorhidric 4 ml, acid azotic 1 ml, la temperatura de 35 °C, timp de menținere 15 sec.





**Figura 4.9** Microstructuri specifice materialului 3 obținut

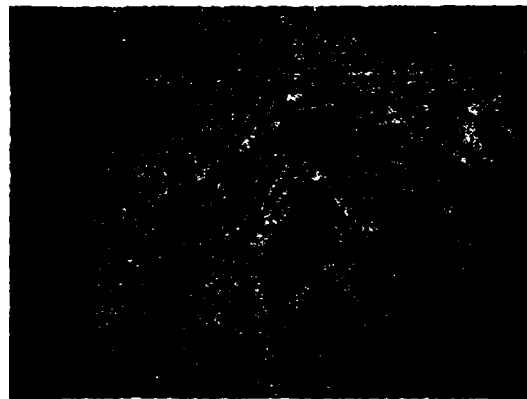
Structura de turnare a aliajului elaborat este relativ uniformă, formată din soluție solidă (austenită) de formă dendritică. Spațiile interdendritice, solidificate la timpuri mai reduse, au aspect relativ diferit, ca urmare a unei compoziții chimice diferite. Structura este relativ omogenă, nu se formează compuși eutectici, care ar avea ca efect reducerea puternică a rezistenței la coroziune. În stare turnată, austenita este relativ neomogenă, iar în spațiile interdendritice apar precipitări de dimensiuni reduse (figura 4.9 c). Nu s-au identificat incluziuni nemetalice de dimensiuni mari în structură.

Pentru omogenizarea mai bună a structurii, s-a efectuat un tratament termic de recoacere într-un cuptor cu atmosferă normală de lucru și cu temperatura maximă de 1000 °C.

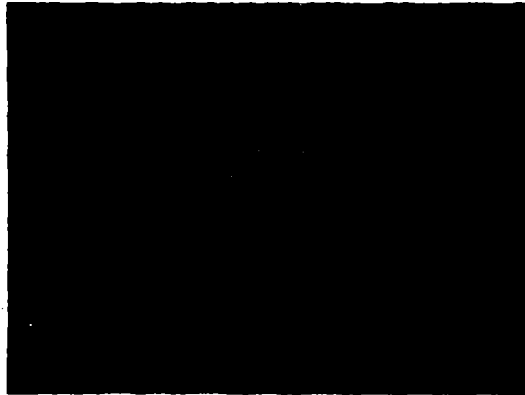
Parametrii tratamentului de recoacere sunt: temperatura: 1000 °C; timpul de menținere: 2 ore; atmosfera din cuptor: aer; răcire: lentă, în aer.

După tratamentul termic de recoacere, proba a fost supusă analizei metalografice în vederea examinării structurii.

În figura 4.10 se prezintă microstructurile specifice materialului după recoacere.



a) MO 200x



b) MO 500x



c) MO 1000x

**Figura 4.10** Microstructurile specifice materialului 3 elaborat, după recoacere la 1000 °C, timp de 2 ore

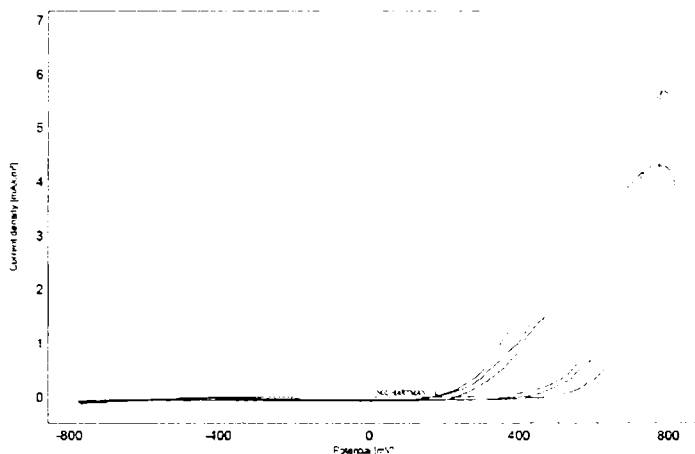
Tratamentul termic de recoacere a condus la omogenizarea soluției solide (austenita) fără a elimina separările interdendritice din structură. De asemenea, în urma recoacerii, se constată scăderea conținutului de faze precipitate la limitele de grăunți. Se păstrează parțial limitele cristalelor obținute în urma turnării.

Încercările experimentale au confirmat concluziile teoretice, indicând posibilitatea elaborării unui oțel inoxidabil austenitic fără nichel, prin creșterea conținutului de mangan.

Aliajul obținut are o structură omogenă, o duritate de 195 HV5 (obținută prin determinarea durității pe *aparatură de duritate Vickers PMT3 din dotarea catedrei SMTT - UPT*) și poate fi deformat plastic la cald.

Pentru stabilirea rezistenței la coroziune în medii biologice simulate a fost studiată comportarea materialului în soluție Hartman, folosind instalația *potențostatul Voltalab 21*, după metodologia prezentată în capitolul 3.5.

Aspectul curbelor de coroziune, determinate prin voltametrie ciclică și obținute prin metoda Tafel, conform SR EN ISO 10993-15: 2002 [260], se prezintă în figura 4.11.



**Figura 4.11** Aspectul curbei de coroziune obținută prin metoda Tafel

Se observă că potențialul de coroziune este cuprins între aproximativ 100 mV și 800 mV, corespunzător unei densități de curent de maxim 7 mA/ cm<sup>2</sup>. Curbele de polarizare își păstrează alura, dar nu prezintă tendință de suprapunere, nici pe ramura anodică, nici pe cea catodică. Procesul de coroziune se menține activ, chiar după mai multe cicluri. Nu se observă procese secundare de oxidare în suprafață.

Parametrii procesului de coroziune sunt:

- Viteza de coroziune: 14,91 μm/an;
- Potențialul pentru care valoarea curentului de coroziune este egală cu 0:  $E(I_0) = -372,6$  mV;
- Rezistența de polarizare  $R_p = 36,88$  kohm·cm<sup>2</sup>.

Omogenitatea austenitei și gradul de puritate corespunzător îi conferă materialului o bună rezistență la coroziune în mediu biologic (viteza de coroziune de 14,91 μm/an, este comparabilă cu cea a oțelurilor austenitice care conțin nichel).

### Concluzii

1. Oțelurile inoxidabile austenitice continuă să reprezinte una din clasele de aliaje cu cea mai largă utilizare ca materiale biocompatibile pentru implante osoase.
2. Stabilirea efectelor negative pe care nichelul le poate avea asupra organismului uman a impus găsirea unor soluții alternative pentru obținerea acestor aliaje.
3. Alierea cu mangan în concentrații de 20 – 25% a condus la obținerea unor structuri austenitice, chiar și în absența nichelului din compoziție. Structura obținută este austenitică, oțelul are o plasticitate bună (duritate de 195 HV5) și o rezistență la coroziune comparabilă cu cea oțelurilor cu nichel (14,91 μm/an).
4. În România nu sunt încă standardizate oțeluri inoxidabile fără nichel, ceea ce justifică cercetările privind studierea acestor aliaje.

# 5. STUDII EXPERIMENTALE ASUPRA AVARIERII IMPLANTELOR ȘI DISPOZITIVELOR MEDICALE

## 5.1 Analiza cauzelor care conduc la avariarea implantelor ortopedice

Majoritatea dispozitivelor medicale implantate deservesc bine pacienții, pe toata durata de utilizare, care, uneori, poate fi foarte extinsă (zeci de ani în cazul implantelor permanente, în urma accidentelor unor pacienți tineri). Comportarea unui asemenea dispozitiv în timpul utilizării lui poate fi analizată cu ocazia extragerii din organism, ce poate fi provocată de o avarie sau de expirarea duratei de implantare.

Dacă se impune extragerea ca urmare a avarierii (rupere, deformare, desprindere) sau a producerii unor complicații în organism, analiza dispozitivelor medicale avariate este neapărat necesară pentru explicarea cauzelor eșecului.

În cazul implantelor pentru sistemul osos, marea majoritatea a complicațiilor clinice, care pot fi evidențiate prin analiza dispozitivele medicale avariate, pot fi grupate în câteva categorii bine definite [136]:

- a) *Avariarea structurală datorată degenerării materialelor*: uzare; fracturare; calcifiere; secționare;
- b) *Interacțiuni adverse ale țesutului local*: inflamare și infecție; toxicitate; formarea tumorilor; supracreșterea țesutului;
- c) *Migrare*: deplasarea întregului dispozitiv; embolizarea sau dispersia limfatică a fragmentelor de materiale;
- d) *Efecte sistemice sau diverse*: alergii.

Analizele efectuate se pot referi, fie la procesele de proiectare și încercare, care afectează potențial toate dispozitivele dintr-un anumit lot, fie la condițiile care au condus la defectare în cazul dispozitivului și al pacientului respectiv.

Determinarea cauzelor și a mecanismelor ce contribuie la avariarea unui implant sau dispozitiv în urma procesului de recuperare și evaluare a implantelor poate conduce la o serie de concluzii care pot avea următoarele efecte [3], [136]:

- modificarea managementului pacientului, prin alegerea unui tip diferit de proteză, modificarea celei existente ori a dozei de medicație terapeutică, monitorizarea mai îndeaproape a pacientului prin terapie neinvazivă (ecocardiografie sau scanarea osului);
- dezvăluirea vulnerabilității unui tip de proteză specific, a unui mod sau mecanism de avariere particular, care conduc la intervenția agenților de reglementare în sensul retragerii din utilizare, examinării minuțioase a unui grup de pacienți cu astfel de dispozitive, modificării proiectării, selecției materialelor sau fabricației;
- influențarea litigiilor privind responsabilitatea în legătură cu produsul, fie într-un caz individual, fie în situația implicării mai multor pacienți.

Analiza implantelor extrase poate evidenția cu precizie câteva aspecte ale mecanismului de avariere:

- existența unei deficiențe a modelului;
- alegerea unor materiale nepotrivite;

- apariția avariei datorită faptului că încercările preclinice ale dispozitivului nu au dezvăluit anumite defecte de execuție sau de material, ce devin aparente după utilizarea clinică pe scară largă;
  - momentul apariției defectului (în timpul fabricației sau al implantării);
  - un răspuns fiziologic anormal al pacientului la implant (de exemplu, hipersensibilitate sau tendință spre coagularea sângelui).
- Cauzele potențiale ale avarierii implantelor osoase pot fi:
- Proprietăți neadecvate ale materialelor;
  - Încercarea necorespunzătoare a materialelor;
  - Defecte de proiectare;
  - Modele de testări preclinice pe animale neadecvate;
  - Nepotrivirea componentelor în timpul fabricației;
  - Defecte produse în timpul fabricației, împachetării, transportului și depozitării;
  - Deteriorarea sau contaminarea în timpul sterilizării;
  - Deteriorarea sau contaminarea în timpul implantării;
  - Erori tehnice în timpul implantării;
  - Neadaptarea pacient – proteză;
  - Interacțiuni inevitabile fiziologice pacient – proteză;
  - Managementul necorespunzător al pacientului;
  - Răspunsul anormal al pacientului.

Avariarea dispozitivului la montarea clinică implică, adesea, factori de contribuție multipli. Analiza acestor factori, care pot acționa în diferite etape ale procesului de fabricație sau clinice, se referă la:

#### A. Selecția biomaterialelor

Materialele sunt adesea responsabile de avarieri majore ale dispozitivelor medicale. Câteva dintre mecanismele specifice de avariere a unor materiale diferite, ce pot cauza avariarea unui implant sau dispozitiv sunt:

- a) *Mecanice*: fluajul; uzarea; fisurarea sub tensiune; ruperea;
- b) *Fiziochimice*: adsorpția de biomolecule (proteinele); adsorpția apei sau lipidelor; solubilizarea compușilor de joasă densitate moleculară (plasticizantii) care conduc la slăbire sau fragilizare; disoluția (conduce la dezintegrare);
- c) *Hidroliza biochimică*: oxidarea sau reducerea; mineralizarea sau calcifierea;
- d) *Electrochimice*: coroziunea.

Dacă este selectat un material nepotrivit pentru o aplicație particulară (un dispozitiv sau implant), acesta se poate avaria ușor, deoarece componentele nu îndeplinesc condițiile referitoare la proprietățile fizice, chimice sau biologice. De exemplu:

- Urmărind utilizarea clinică îndelungată, a fost observată rezistența slabă a politetrafluoretilenei (PTFE sau teflonul) la uzare prin abraziune și nepotrivirea în utilizare la protezele de șold [20].
- În utilizare clinică s-a constatat durabilitatea inadecvată a compozitelor carbon armat cu teflon la înlocuirea articulațiilor temporomandibulare [168].
- Dacă un material folosit la confecționarea de tije femurale pentru proteze de șold este prea rigid, „ecranarea tensiunilor”, conduce la slăbirea structurală a osului înconjurător și la pierderea legăturii cu implantul [63].

## B. Proiectarea dispozitivului

Este o etapă importantă care poate conduce la efecte critice. Spre exemplu, proiectarea tijelor femurale ale protezelor de șold a evoluat folosind experiența tijelor rupte în oasele umane și tehnici de proiectare și fabricare asistate de calculator [63], [136].

## C. Testarea configurației materialelor alese

În unele cazuri, încercările de evaluare *in vitro* și *in vivo* ce au loc pe materiale sau pe modele și prototipuri de dispozitive, nu au simulat adecvat condițiile întâlnite în utilizarea clinică. În plus, pentru unele răspunsuri fiziologice nu sunt disponibile testări potrivite. Este posibil, de asemenea, ca testările disponibile să fie trecute cu vederea, datorită problemelor specifice care apar mai târziu și nu sunt anticipate [54], [139].

## D. Testarea biologică a implantelor

După ce dispozitivele au fost proiectate și fabricate, se utilizează testarea pe animale, pentru a obține mai multe informații în vederea unei eventuale aprobări legislative și a introducerii clinice a unor asemenea dispozitive [143]. De peste 20 de ani continuă, printre cercetătorii din domeniul biomaterialelor, argumentarea că modelele animale cele mai potrivite pentru evaluarea interacțiunilor sânge – suprafața implantului sunt câinii [135]. Nu există un model animal adecvat pentru studiul reacțiilor inflamatorii intense la rămășițele de uzare și alte particule ce se pot acumula adiacent la o articulație de șold.

Este posibil că implantarea pe subiecți umani să poată dezvălui probleme importante, care nu au fost prezise prin testările preclinice pe animale. Acesta este raționamentul major pentru procesele de monitorizare clinică strictă pe parcursul introducerii unui implant nou și o supraveghere continuă până când implantul devine disponibil în general [136], [138].

## E. Fabricarea și sterilizarea materialelor

În circumstanțe neobișnuite, un întreg lot de materii prime poate fi defect sau avariat. Procesul de fabricare utilizat de producătorii de dispozitive poate introduce defecte sau contaminări ce duc la avariarea dispozitivului [136].

Polietilena de înaltă densitate moleculară (UHMWPE) se utilizează de mai bine de 40 de ani drept componentă standard pentru transferarea sarcinilor articulațiilor la proteze. Sterilizarea prin radiații gama în doze scăzute a fost testată și acceptată într-un ciclu normal de producție [187]. Studiile și analizele pe implantate recuperate au arătat modificarea proprietăților structurale și tribologice pentru unele componente din UHMWPE. Aceste modificări au fost corelate cu efectul radiațiilor gama și depozitarea pe rafturi în aer, constatându-se oxidarea suprafețelor, modificări structurale și de proprietăți, precum și modificarea stabilității în timpul funcționării *in vivo* [186], [187]. Un rezultat al măsurilor corective a fost introducerea de generații noi de polietilenă reticulată sau alte tipuri de polietilenă.

Procesul de sterilizare poate conduce la eșecul implantului ca urmare a sterilizării incomplete sau a afectării materialului prin procesul de sterilizare. Există materiale care impun limitări serioase condițiilor de sterilizare [187]. Sterilizarea în gaz de oxid de etilenă nu poate fi utilizată în cazul unor biomateriale, datorită solubilității sau reactivității biomaterialului [136].

Sterilizarea incompletă poate duce, de asemenea, la infecție. S-a constatat că eficacitatea antibacteriană și fungică a concentrației slabe de glutaraldehidă este uneori redusă. Folosirea agenților de sterilizare combinată (soluții de

glutaraldehide cu alcool) rezolvă această problemă, fără a cauza defectarea materialului [186].

#### **F. Ambalare, transport și depozitare**

Contaminarea sau degradarea nu are loc numai în timpul fabricării și sterilizării dispozitivelor, ci poate fi introdusă și în timpul ambalării și transportului. La toate dispozitivele și implantele medicale, ambalarea neadecvată sau depozitarea incorectă pot contribui la limitarea duratei stabilității de depozitare [136].

Dispozitivele se pot degrada la încălzire sau răcire excesivă, de aceea pe ambalaj sunt specificați indicatori de temperatură. Împachetarea și depozitarea dispozitivelor medicale confecționate din cauciuc natural este problematică, deoarece acest material este sensibil la oxidare, ce poate conduce la degradarea lui pe timpul duratei de depozitare [136].

#### **G. Manipularea clinică și procedura chirurgicală**

Pentru un implant confecționat dintr-un material potrivit, proiectat corect, fabricat, sterilizat, testat, produs, împachetat și depozitat perfect, „momentul adevărului” are loc în clipa deschiderii ambalajului, când dispozitivul este mănuit și implantat și poate contacta extracorpore din biosistemul pacientului [130]. Cea mai importantă observație este legată de posibilitatea infectării, datorită contaminării preimplantare sau a defectărilor mecanice cauzate de mănuirea incorectă de către personalul medical specialist și de instrumentarul chirurgical. Alte exemple sunt expunerea dispozitivelor la soluții sau lumină UV, contactul cu prosoapele, amidonul din mănuși, etc. [136].

#### **H. Interacțiunea cu pacientul**

Fiecare dispozitiv sau implant are o rată de avariere bine stabilită, bazată pe statisticile populației obișnuite, chiar dacă sunt identice. Asemenea evenimente pot fi nefericite, din păcate, pentru un pacient ce întâmpină asemenea efecte nedorite [51].

O serie de factori legați de particularitățile implantării pot cauza anumite avarieri. Un pacient poate forța un implant sau poate manifesta un răspuns fiziologic anormal. De exemplu, beneficiarul unui implant de șold, care a făcut eforturi fizice peste limite, înainte ca vindecarea adecvată să aibă loc, poate cauza pierderea implantului [63], [136].

Pacienții trebuie să se armonizeze cu protezele lor, iar răspunsurile anormale pot fi legate și de hipersensibilitatea la infecții. De exemplu, unii pacienți manifestă hipersensibilitate la nichel sau la alte elemente sau compuși. Cazurile sunt întâlnite la pacienții cu implantate ce conțin nichel și datorită reacțiilor de hipersensibilitate, acestea trebuie înlăturate [35].

Răspunsuri fiziologice anormale pot avea loc la orice pacient obișnuit. De exemplu, unii pacienți au anormalități genetice la coagulare, ce îi supun la vulnerabilitatea la tromboze. Ei au tendință ridicată spre riscuri trombotice în cazul implantelor cardiovasculare sau a terapiilor cu dispozitive [35], [51], precum și alte complicații [71], [109], [133], [140], [191].

Este important de accentuat faptul că proprietățile inadecvate și comportamentul biomaterialelor nu sunt întotdeauna responsabile de avariere. Există situații în care s-au identificat răspunsuri fiziologice anormale ale unui pacient la un implant sau tratament cu un dispozitiv terapeutic [51]. Din păcate, sarcina de avertizare și educare a publicului în legătură cu aceste situații nu poate fi asumată de către cercetătorii din domeniul biomaterialelor și nici de către proiectanții sau

producătorii de dispozitive medicale [136]. Asigurarea succesului dispozitivelor medicale sau implantelor medicale impune acțiunea concentrată a mai multor factori, incluzând, alături de cercetători și inginerii de materiale.

### 5.1.1 Scopul activității de recuperare și evaluare a implantelor

Recuperarea și analiza implantelor contribuie mult la înțelegerea și rezolvarea problemelor în ceea ce privește comportarea acestora. Aspectele caracteristice ale suprafețelor materialelor utilizate joacă un rol hotărâtor în determinarea reacțiilor țesutului la implantate. Analiza atentă a interfeței biomaterialelor cu țesuturile vii înconjurătoare poate fi o unealtă puternică în înțelegerea mecanismului și a interacțiunilor țesut – biomaterial.

Recuperarea și evaluarea implantelor este o abordare ce contribuie la asigurarea eficacității și a siguranței dispozitivelor medicale și a înțelegerii mecanismului interacțiunii biomaterialelor constituente cu țesutul înconjurător. Implantele pot fi recuperate fie prin reoperare, fie prin necropsie sau autopsia animalelor, respectiv a subiecților umani. Literatura de specialitate conține numeroase exemple în care investigațiile efectuate asupra implantelor medicale au contribuit la înțelegerea deficiențelor și a complicațiilor care au avut ca efect limitarea succesului implantelor [13], [63], [134], [137], [139], [141], [168], [186], [187]. Aceste studii *in vivo* ale mecanismelor de interacțiune biomateriale – țesut au condus la dezvoltarea de noi implantate și materiale și la modificarea celor existente, contribuind la o mai bună selecție a implantelor și la un mai bun management al pacienților.

*Analizele clinicopatologice* se concentrează pe dispozitivele avariate, dar informații importante pot rezulta dintr-un implant ce a deservit un pacient până la recuperarea acestuia din diverse motive (după o funcționare bună pe durata stabilită, chirurgical la reoperare sau la autopsie prin permisiunea obținută după moartea pacientului). Recuperarea și evaluarea implantelor pot asigura probe și informații ce pot fi utilizate de medici, ingineri și cercetători în domeniul biomaterialelor. Dreptul de posesiune asupra dispozitivului înlăturat în circumstanțe diferite aparține doar următoarele persoane: pacientul; chirurgul; patologul; spitalul; compania de asigurare; autorități ce reprezintă reclamantul și acuzatul în responsabilitatea produsului sau litigii de neglijență a unui medic [6]. Dreptul de proprietate poate să nu impună imediat dreptul la testări.

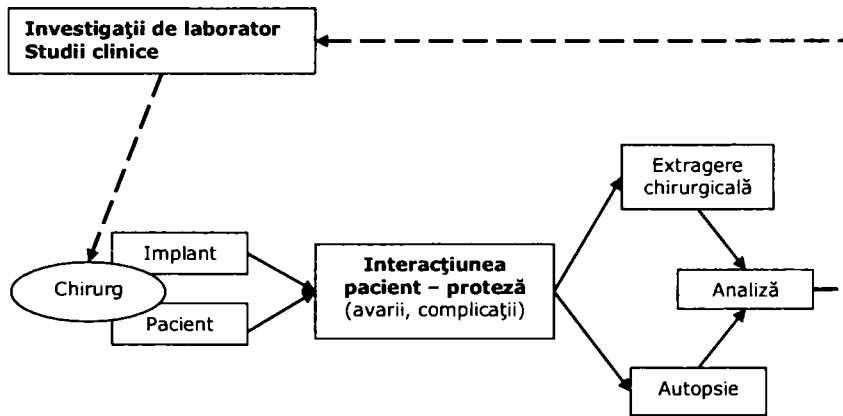
Conceptul general de recuperare a unui implant se prezintă în figura 5.1 [110].

Influența chirurgului (selecția dispozitivului, tehnica de implantare, manipularea implantului) are un efect major, putând conduce la o acțiune de succes sau la o deteriorare.

Toate implantele interacționează cu țesuturile înconjurătoare prin biomaterialul din care sunt confecționate. Aceste interacțiuni pot fi locale sau la distanță față de dispozitiv, mecanismul lor putând fi elucidat prin analize specifice.

Informația provenită din recuperarea implantului este utilizată frecvent la dezvoltarea proiectării de noi implantate sau la modificarea celor existente, precum și la dezvoltarea de noi materiale sau la îmbunătățirea celor folosite, la ajutarea deciziilor de selecție a implantului și la modificarea managementului.





**Figura 5.1** Rolul recuperării și al evaluării implantelor în dezvoltarea și utilizarea clinică a dispozitivelor

Scopurile generale ale recuperării și evaluării implantelor sunt [3]:

- Determină viteza, modul și mecanismul avarierii implantului;
- Identifică efectele pacientului și ale factorilor protezei asupra performanței implantării;
- Determină dinamica și mecanismele interacțiunilor țesut – material;
- Dezvoltă criteriile de proiectare pentru viitoare implantate;
- Determină gradul de adecvare a testelor pe animale.

Programul de recuperare și evaluare a implantului poate asigura probe și informații ce servesc ca surse de predare în învățământ sau de cercetare [3], putând fi folosite la îmbunătățirea protocoalelor și a tehnicilor de fabricație și la cele de implantare.

### 5.1.2 Etapele procesului de recuperare și evaluare a implantelor

Recuperarea și evaluarea implantelor este o activitate interdisciplinară care implică cercetători cu experiență în știința materialelor, ingineriei materialelor, biomecanicii, biologiei, patologiei, microbiologiei, radiologiei, medicinei și chirurgiei. Componentele și caracteristicile importante ale programului de recuperare și evaluare a implantelor sunt:

- Catalogarea și definirea specifică a probelor;
- Stabilirea modurilor cunoscute și potențiale de avariere;
- Revizuirea antecedentelor medicale ale pacientului și rezultatele laboratorului;
- Colectarea informațiilor în forme specifice de studiu;
- Realizarea examinărilor globale atente, fotografierii și altor analize de bază;
- Stabilirea tehnicilor analitice realizate de specialiști;
- Urmărirea riguroasă a protocoalelor analitice și a tehnicilor pentru evaluarea răspunsului gazdei și a implantului;
- Cercetarea corelațiilor și relațiilor cauză – efect între variabilele material, desen de execuție, mecanic, producție, clinic și biologic;
- Colectarea informațiilor cantitative ori de câte ori este posibil și oportun;
- Realizarea analizelor statistice.

În scopul realizării unei posibilități de consultare, se impune identificarea și catalogarea implantelor recuperate. Toate informațiile catalogate trebuie codificate,

iar accesul la ele trebuie restricționat. Acest program utilizează scheme generale de consultare și catalogare pentru subiecți [3], [224].

Spre exemplu, în tabelul 5.1 [3] este indicat numărul tipurilor de implantate recuperate din domeniile ortopedice, cardiovasculare, ginecologice și ale țesutului moale în cadrul *Spitalului universitar din Cleveland, USA*. Numărul de implantate recuperate din fiecare tip a crescut în ultima perioadă de timp. Acest fapt se explică prin recunoașterea de către chirurghi a importanței recuperării și evaluării, precum și a numărului în creștere a implantelor.

**Tabelul 5.1** Implantate recuperate, *Divizia de patologie chirurgicală, Institutul de patologie, Spitalul universitar din Cleveland, USA (Division of Surgical Pathology)*

<b>Categoria</b>	<b>Total</b>	<b>2002-1999</b>	<b>1998-1994</b>	<b>1993-1989</b>	<b>1988-1984</b>	<b>1983-1979</b>
Ortopedice (degete, șold, genunchi, etc.)	5607	921	1355	1567	1136	627
Catetere	1135	135	243	427	199	131
Grefări	870	179	195	231	166	99
Generale	1178	282	280	243	284	89
Sâni	624	139	232	200	42	11
Valve de inimă	289	50	34	53	96	56
<b>Total</b>	<b>9913</b>	<b>1744</b>	<b>2369</b>	<b>2776</b>	<b>1983</b>	<b>1041</b>

Evaluările în profunzime ale implantelor recuperate necesită o revizuire a antecedentelor medicale ale pacientului și ale radiografiilor unde este cazul. Condițiile parțiale, precum și alți factori ce pot determina defectarea sau succesul unui implant ortopedic sau cardiovascular sunt: afecțiuni ale țesutului conjunctiv; osteoartrită; traume; infecții; boli metabolice; boli endocrine; tumori; boli principale ale articulației; osteonecroze [3].

Tehnicile și protocoalele analitice trebuie să producă informații cantitative ce pot fi analizate statistic. Aceste analize pot include și informații clinice [19], [31].

Procedurile utilizate pentru evaluarea dispozitivelor și protezelor după funcționarea în animale și oameni sunt, în mare măsură, asemănătoare. Subiecții umani și animalele studiate permit monitorizarea detaliată a funcționării dispozitivului și observarea detaliilor morfologice (incluzând interacțiunile *sânge – țesut – biomateriale*), precum și verificările frecvente ale parametrilor de laborator, permițând observarea *in situ* a implantelor recente [188].

### 5.1.3 Reglementări privind evaluarea comportării implantului în mediul biologic

Evaluarea implantului fără a lua în considerare țesutul reprezintă o evaluare incompletă, fără a înțelege răspunsul mediului gazdă. Se poate anticipa că implantele și materialele noi pot impune folosirea de tehnici avansate în evaluarea interacțiunilor mediu gazdă – biomateriale și că, pentru aceste situații, urmează să fie dezvoltate noi tehnici analitice [31].

Protocoalele și tehnicile analitice pentru evaluarea implantului pot fi specificate numai după o consultare potrivită, catalogare și indentificare și inclusiv o revizuire completă a antecedentelor medicale ale pacientului și după radiografieri [3].

Standardele pentru recuperarea implantelor ASTM și ISO [224], [239] au stabilit abordarea pentru analiza implantului în trei etape:

- *Etapa I* presupune identificarea de rutină a dispozitivului și descrierea acestuia.
- *Etapa II* a analizei (mai detaliată, consumatoare de timp, costisitoare) include fotografierea și analiza nedistructivă a avarierii. Protocoalele etapelor I și II sunt identice pentru diferite tipuri de materiale, ele fiind combinate în ASTM F561-05a [224].
- Protocoalele din *etapa III* includ tehnici analitice distructive, multe dintre ele fiind specifice pentru tipuri de materiale particulare și presupun tehnici separate pentru materiale metalice, polimerice și ceramice.

Combinarea acestor protocoale asigură ghiduri pentru analiza componentelor diferite ale compuşilor și materialelor.

Evaluarea unui implant și a țesutului gazdă înconjurător, când implantul a fost plasat în os, are loc în condițiile în care în jurul lui se formează os, iar țesutul local se calcificază. Există o serie de standarde, cum sunt ASTM F561-05a [224], ISO/NP 12891-1: 2007 [239], ISO 12891-2: 2005 [231], ISO 12891-3: 2005 [232], ISO 12891-4: 2005 [233], care reglementează problemele ce intervin la analiza implantelor osoase recuperate în vederea analizei.

Tehnicile pentru evaluarea implantului sunt în majoritate tehnici tipice distructive, ceea ce înseamnă că implantul sau o parte din acesta trebuie distrus sau modificat pentru a obține informațiile dorite în ceea ce privește proprietățile lui sau ale materialului din care acesta este confecționat [188].

## 5.2 Rolul procesului de recuperare și analiză în dezvoltarea implantelor osoase

Pentru implantele plasate în locuri anatomice diferite, patologia protezelor asociate este un determinant major al calității vieții și refacerii pacientului. Recuperarea și evaluarea implantelor joacă un rol important în evoluția dispozitivelor medicale prin dezvoltarea și utilizarea clinică (figura 5.1). Implantele sunt examinate ca:

- produse în prototipurile neimplantate pentru cercetarea modificărilor în componentele dispozitivului induse de procesul de fabricație, care poate conduce la o înțelegere a modurilor de avariere observate în timp;
- probe ce au fost supuse încercărilor *in vivo* de biocompatibilitate și durabilitate;
- probe înlăturate din modelele animale, urmărind funcționarea *in vivo*, de obicei, ca dispozitive reale;
- probe ce provin din procese clinice controlate atent;
- probe avariate sau funcționabile ce sunt explantate în cursul supravegherii clinice generale a dispozitivului.

Dispozitivele sunt explantate și analizate cu atenția îndreptată spre toate complicațiile ce pot interveni, dar, în special, a celor care pot fi considerate ca producătoare de vulnerabilități speciale tipului de dispozitiv.

Majoritatea complicațiilor obișnuite ale implantelor ortopedice sunt prezentate în tabelul 5.2 [188].

Multe studii s-au concentrat pe dispozitivele metalice utilizate pentru fixarea internă a fracturilor. Examinarea unelor modele a arătat avarierea regiunilor cu metalurgie slabă sau arii slabe datorate proiectării nepotrivite [19], [31], [188].

**Tabelul 5.2** Complicații provocate de implantele ortopedice

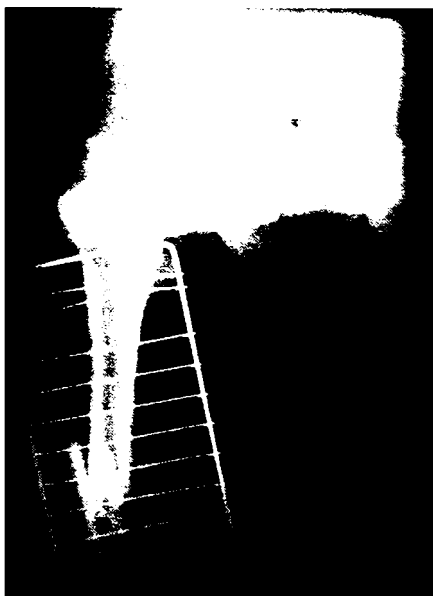
<b>Complicații în zona focarului (implant și os)</b>	<b>Semnificația tehnică de avariere</b>
Resorbția osului	Cedere
Coroziunea	Neadaptare mecanică
Oboseala	Fracturare
Fibroza	Mișcarea și durerea
Defectarea fixării	Formarea particulelor
Fracturarea	Pierdere
Integrarea osoasă incompletă	Apariția tensiunilor
Infecția	Pierdere
Separarea la interfață	Uzarea suprafeței

Se prezintă două studii de caz asupra osteosintezei fracturilor de oase lungi rezolvate cu tije centromedulare, pentru un femur fracturat și pentru o tibie fracturată. Acestea au fost realizate de autoare pentru completarea studiilor de avariere a implantelor metalice destinate implantării osoase, în cazul fracturilor de oase lungi. Tijele au fost recuperate de la doi pacienți tineri, operați la *Clinica I Ortopedie - Traumatologie Timișoara*, în perioada 2005 – 2007.

### **A. Tijă centromedulară**

Primul caz studiat prezintă avarierea implantului datorată nerespectării regimului de încărcare în greutate pe membrul pelvin operat, în perioada post-operatorie, după intervenția chirurgicală a fixării fracturii cu un implant, spre exemplu, cazul unui pacient tânăr cu o fractură iterativă cominutivă la treimea mediană a diafizei femurului drept. Implantul utilizat pentru această fractură este o tijă centromedulară.

În figura 5.2 se prezintă radiografiile corespunzătoare fracturii inițiale, înainte de fixarea acesteia cu tija centromedulară, precum și radiografia membrului imediat după fixarea fracturii cu tija.



a) aspectul fracturii înainte de fixarea acesteia cu tija centromedulară



b) aspectul fracturii după fixarea acesteia cu tija centromedulară

**Figura 5.2** Aspectul fracturii inițiale

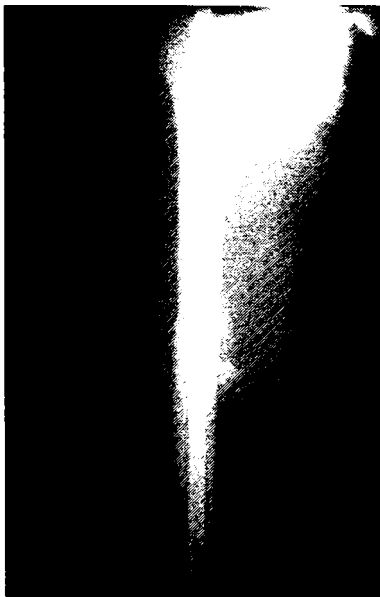
Pacientul nu a respectat indicațiile chirurgului de imobilizare la pat, a mers cu sprijin pe membrul pelvin operat, fapt pentru care s-a produs fractura iterativă la același nivel, cu deteriorarea implantului. În acest caz, s-a intervenit chirurgical, practicându-se extragerea tijei degradate și introducerea unei alte tije pe focar închis, sub amplificator de imagine.

În figura 5.3 se prezintă radiografiile corespunzătoare vindecării fracturii după aproximativ 1 an de zile (5.3 a), respectiv radiografia după refracturare (5.3 b).

Aspectul tijei centromedulare degradate (deformate) se prezintă în figura 5.4.

Analiza implantului recuperat nu a evidențiat defecte de material sau de execuție, putând fi concluzionat faptul că defectul se datorează în exclusivitate suprasolicității.

În astfel de cazuri de fracturi ale oaselor lungi ale membrilor inferioare, dar și ale celor superioare, pacientul trebuie să respecte recomandările medicului chirurg, în funcție de soliditatea montajului și calitatea implantului introdus.

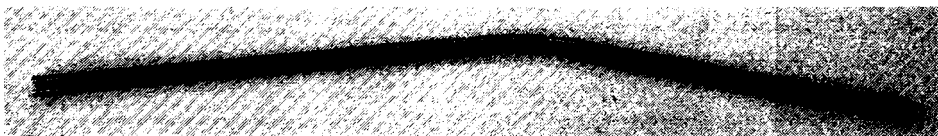


a) aspectul fracturii vindecate



b) aspectul refracturării focarului inițial

**Figura 5.3** Radiografii post-operatorii, la 1 an de zile



**Figura 5.4** Aspectul tijei centromedulare deformată

### ***B. Tijă centromedulară de tip Kuntcher***

Acest caz este cel al unui pacient în vârstă de 30 ani, ce a prezentat o fractură deschisă tip I, în treimea distală, tibia dreaptă. Se intervine chirurgical de urgență, practicându-se osteosinteza pe focar închis, cu o tijă centromedulară tip Kuntcher. Post-operator, membrul se imobilizează în aparat ghipsat pentru 6

săptămâni, urmând ca încărcarea în greutate pe membrul pelvin operat să se facă la 8 săptămâni.

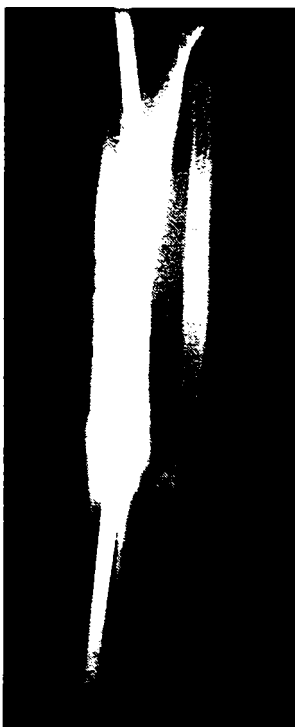
După această perioadă, pacientul se mobilizează, prezintă o recuperare funcțională totală, ajungând la statusul funcțional, fapt pentru care se reintegrează în activitatea cotidiană. În figura 5.5 se prezintă radiografia fracturii vindecate.

La 10 luni post-operator, în urma unui traumatism produs prin cădere de pe bicicletă, pacientul prezintă o fractură în treimea medie a tibiei drepte, precum și a colului și a difizei de peroneu, producându-se și degradarea materialului de osteosinteză prezent, respectiv îndoirea tije centromedulare (figura 5.6).

Aspectul tije centromedulare degradate (deformate) se prezintă în figura 5.7.

Sub anestezie rahidiană, se reduce focarul de fractură, ocazie cu care se produce îndreptarea tije centromedulare. Apoi se intervine chirurgical, practicându-se extragerea tije centromedulare degradate (îndoite), care este înlocuită cu o altă tijă centromedulară, mai bine calibrată (cu un diametru mai mare) și mai lungă decât precedentă.

Post-operator se imobilizează în aparat ghipsat pentru 4 săptămâni, urmând ca încărcarea pe membrul pelvin operat să se reia la 6 săptămâni.



**Figura 5.5** Aspectul fracturii vindecate



**Figura 5.6** Aspectul fracturii osului în altă zonă, cu îndoirea tijei centromedulare tip Kuntcher



**Figura 5.7** Aspectul tijei centromedulare tip Kuntcher deformată

În urma acestor două studii de caz se pot trage următoarele concluzii referitoare la degradarea tijelor centromedulare:

- degradarea implantului poate interveni datorită nerespectării regimului de încărcare în greutate pe membrul pelvin operat, în perioada post-operatorie, implantul neadaptându-se încă la solicitările specifice femurului (studiul de caz A);
- degradarea implantului (deformarea) poate interveni accidental, fără a avea loc o supraîncărcare a membrului și fără a prezenta defecte de geometrie sau de material (studiul de caz B);
- implantele nu au prezentat defecte de formă și nici zgârieri pe suprafață datorate unei manipulări neglijente cu implantul chirurgical utilizat.

Articulațiile complete de șold moderne au avut, de asemenea, fisuri datorate oboselii, inițiate de inscripțiile gravate în regiunile cu tensiuni ridicate [185]. De asemenea, a fost demonstrată coroziunea galvanică datorată combinării aliajelor metalice [131].

Analizele dispozitivelor de fixare au arătat o corelație între coroziune și reacțiile biologice, cum sunt reacțiile alergice la elementele metalice din implante [16], [30], [91].

Dezvoltarea artroplastiei protezei totale de șold cu frecare slabă de către Charnley este un exemplu clasic al modului în care recuperarea unui implant poate oferi informații clinice importante în ceea ce privește materialele destinate implantelor osoase și al proiectării [20].

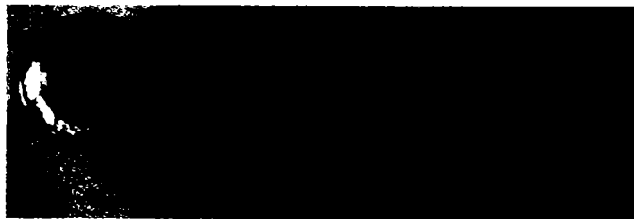
Spre exemplu, se prezintă un alt caz de avariere, realizat de autoare în cadrul tezei, în sensul degradării țesutului înconjurător, al unui pacient în vârstă,

care a suferit o fractură de col femural stâng, practicându-se artroplastie la nivelul șoldului stâng, cu aplicarea unei endoproteze cervicocefalice de tip Austin Moore. Acest caz a fost posibil datorită recuperării endoprotezei în cadrul *Clinicii I Ortopedie – Traumatologie Timișoara*, în perioada 2005 – 2007 și al studiului radiografiilor avute la dispoziție. După 5 ani de la implantare, pacientul a acuzat dureri în regiunea pelvină. În urma reviziei, s-a constatat o reducere substanțială a țesutului tare din cavitatea acetabulară, fenomen denumit cotiloidită (figura 5.8).



**Figura 5.8** Radiografie reprezentând starea țesutului tare și a implantului după 5 ani de la implantare

Aspectul implantului recuperat se prezintă în figura 5.9.



**Figura 5.9** Aspectul endoprotezei de tip Austin Moore recuperată

Astfel, s-a intervenit chirurgical, practicându-se extragerea protezei de tip Moore și revizie cu o endoproteză totală necimentată multicomponente (figura 5.10):

- tija femurală de Ti;
- cupa acetabulară de Ti6Al4V;
- gâtul femural și bila din aliaj Co-Cr;
- insert din UHMWPE.





**Figura 5.10** Radiografie reprezentând aspectul articulației după reprotzare cu o proteză multicomponente

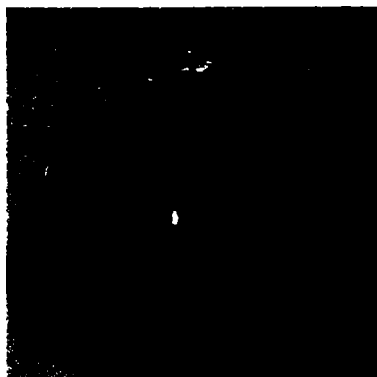
În urma acestui studiu de caz se poate concluziona că:

- avarierea poate interveni și în cazul țesutului înconjurător implantului, datorită diferenței mari a modulului de elasticitate al implantului (de 2 ori mai mare în cazul oțelurilor inoxidabile și al aliajelor Co-Cr), articulația fiind suprasolicitată, țesutul înconjurător neputând distribui o parte din sarcini implantului;
- implantul a fost fixat direct pe țesutul caracteristic al cavității acetabulare, nefiind acoperit în prealabil cu un strat aderent biocompatibil (ceramică poroasă) și nici cimentat pentru o mai bună fixare de țesutul osos;
- endoproteza recuperată nu a prezentat defecte de formă și nici zgârieri datorate manipulării cu instrumentarul chirurgical de fixare.

Soluția inițială pentru cupe polimerice cu frecare slabă a fost teflonul de tipul politetrafluoretilenei (PTFE). Așa cum la valvele de inimă acest material relativ moale are o viteză mare de uzare, în câțiva ani, multe articulații de șold au fost înlăturate datorită uzării severe și a reacțiilor inflamatorii intense. Analiza acestor proteze a demonstrat, de asemenea, legătura dintre diametrul mare al capului femural și particulele rezultate în urma uzării și uzarea excesivă, ce au servit ca bază pentru înțelegerea proiectării articulației. Studiile clinice și de recuperare examinează performanța cupei de articulare în proteza de șold completă metal pe metal.

Actualmente, teflonul a fost înlocuit cu polietilena de înaltă densitate moleculară (UHMWPE) în cazul insert-urilor pentru cupa acetabulară. Studiile pe implantate recuperate au demonstrat că armarea UHMWPE cu fibre de carbon nu îmbunătățește suficient rezistența acesteia [189]. Studiile sunt îndreptate și înspre stabilirea efectelor de sterilizare prin radiație a polimerilor [158].

În figura 5.11 se prezintă uzarea polietilenei la o proteză de șold și desprinderea cimentului de os datorită micromișcărilor. Această componentă a protezei de șold a fost recuperată în 2002, în cadrul *Clinicii I Ortopedie - Traumatologie Timișoara*, de la un pacient ce a prezentat degradarea protezei de șold, în special a polietilenei, după o perioadă de utilizare de 8 ani.



**Figura 5.11** Uzura polietilenei, datorită migrării și osteolizei

Se constată uzura polietilenei la nivelul de contact cu materialul metallic (bila metalică din componența protezei de șold), care a dus la micromișcări în timp și la apariția jocului la interfața ciment-os.

Probleme similare au fost constatate și în cazul protezelor de genunchi, unde s-a constatat uzura și chiar ruperea UHMWPE [34]. Presarea la cald pentru îmbunătățirea durității suprafeței nu a fost eficientă la unele modele de proteze de genunchi [12], [190].

Studiile clinice realizate asupra uzurii au demonstrat că aceasta se datorează polietilenei la protezele totale de șold (tabelul 5.8) [3].

**Tabelul 5.8** Uzura la proteze de șold

<b>Componente în contact</b>	<b>Uzura/ 1 an (1 milion de cicluri)</b>	
Metal/ polietilenă	0,2 mm – 0,5 mm	<i>in vivo</i>
Ceramică/ polietilenă	< 0,1 mm	<i>in vivo</i>

Conform standardului SR EN 12010: 2001 [246], materialele considerate corespunzătoare pentru suprafețele articulate ale implantelor sunt:

- oțel inoxidabil deformabil (SR ISO 5831-1: 1999)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- oțel inoxidabil deformabil cu conținut înalt de azot (SR ISO 5832-9: 1996)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaje de turnare CO-Cr-Mo (SR ISO 5832-4: 1999)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaj deformabil CO-Cr-W-Ni (SR ISO 5832-5: 1996)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaj deformabil Co-Cr-Ni-Mo-Fe (SR ISO 5832-7: 1996)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaj deformabil Co-Ni-Cr-Mo-W-Fe (SR ISO 5832-8: 1999)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaj deformabil Ti-6Al-4V (SR ISO 5832-3: 1999)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaj deformabil Ti-5Al-2,5Fe (SR ISO 5832-10: 1999)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaj deformabil Ti-6Al-7Nb (SR ISO 5832-11: 1996)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- produse ceramice pe bază de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> de puritate ridicată (ISO 6474: 2006)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);

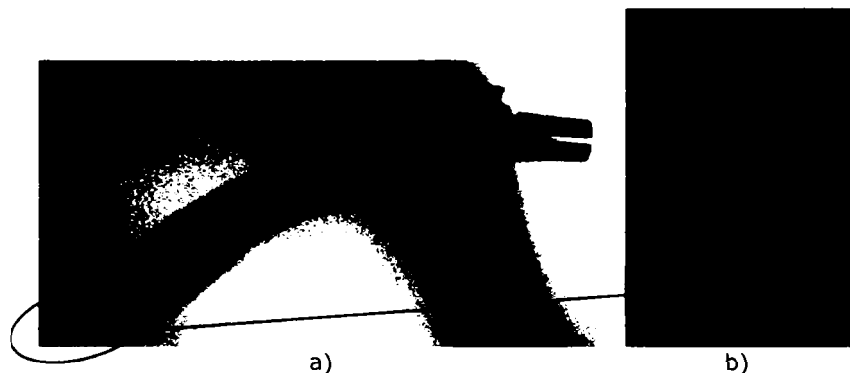
- produse ceramice pe bază de zirconiu tetragonal stabilizat cu ytriu (YTZP) (ISO/DIS 13356: 2004)/ PE (ISO 5834-1: 2005), , titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- produse ceramice pe bază de alumina de puritate ridicată (ISO 6474: 2006)/ produse ceramice pe bază de alumina de puritate ridicată (ISO 6474: 2006);
- aliaj deformabil Co-Cr-Ni-Mo-Fe (SR ISO 5832-7: 1996)/ aliaj deformabil Co-Cr-Ni-Mo-Fe (SR ISO 5832-7: 1996);
- aliaj deformabil CO-Cr-Mo (SR ISO 5832-12: 1999)/ aliaj de turnare CO-Cr-Mo (SR ISO 5832-4: 1999);
- aliaj deformabil Co-Ni-Cr-Mo (SR ISO 5832-6: 1999)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996); aliaj de turnare CO-Cr-Mo (SR ISO 5832-4: 1999).

Materialele considerate inacceptabile pentru suprafețele de articulare ale protezelor de articulație sunt (SR EN 12010: 2001 [246]):

- oțel inoxidabil (SR ISO 5832-1: 1999, SR ISO 5832-9: 1996)/ aliaj de titan (SR ISO 5832-3: 1999, SR ISO 5832-10: 1999, SR ISO 5832-11: 1996);
- oțel inoxidabil (ISO 5832-1: 1999, ISO 5832-9: 1996)/ oțel inoxidabil (ISO 5832-1: 1999, SR ISO 5832-9: 1996);
- oțel inoxidabil (SR ISO 5832-1: 1999, SR ISO 5832-9: 1996)/ titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaj inoxidabil (SR ISO 5832-1: 1999)/ aliaj de cobalt (SR ISO 5832-4: 1999, SR ISO 5832-5: 1996, SR ISO 5832-6: 1999, SR ISO 5832-7: 1996, SR ISO 5832-8: 1999, SR ISO 5832-12: 1999);
- titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996)/ titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996)/ aliaj de titan (SR ISO 5832-3: 1999, SR ISO 5832-10: 1999, SR ISO 5832-11: 1996);
- titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996)/ aliaj de cobalt (SR ISO 5832-4: 1999, SR ISO 5832-5: 1996, SR ISO 5832-6: 1999, SR ISO 5832-7: 1996, SR ISO 5832-8: 1999, SR ISO 5832-12: 1999);
- titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996)/ PE (ISO 5834-1: 2005), titan nealiat (SR ISO 5832-2: 1996);
- aliaj de titan (SR ISO 5832-3: 1999, SR ISO 5832-10: 1999, SR ISO 5832-11: 1996)/ aliaj de cobalt (SR ISO 5832-4: 1999, SR ISO 5832-5: 1996, SR ISO 5832-6: 1999, SR ISO 5832-7: 1996, SR ISO 5832-8: 1999, SR ISO 5832-12: 1999).

O atenție deosebită trebuie acordată compatibilității diferitelor materiale atât în privința interacțiunii electrochimice, cât și a compatibilității fizice [69], [70].

În cadrul tezei autoarea a realizat analiza unui caz de utilizare a cimentării implantului la înlocuirea completă a articulației șoldului, care a permis stabilirea cauzelor ieșirii din uz ca urmare a pierderii legăturii dintre PMMA, osul cimentat și tija din AISI 316Ti. Implantul a fost recuperat în cadrul *Clinicii I Ortopedie - Traumatologie Timișoara*, în perioada 2005 – 2007. Primele observații au indicat realizarea sprijinului doar pe capătul tijei, dovedit prin uzura observată în această zonă (figura 5.12).



**Figura 5.12** Defectarea tije femurale la contactul cimentului de fixare cu osul și a uzurii capătului inferior al tije de șold datorate micromișcărilor dintre implant și os

Întrucât la această tijă au fost observate urme de uzură și în zona capului tiejei, s-a efectuat și analiza experimentală a calității materialului implantului prin determinarea compoziției chimice, microscopie optică și microscopie electronică cu baleiaj.

În tabelul 5.3 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pe *aparatură ARL QuantaDesk* pentru tija de șold, iar în tabelul 5.4 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează.

**Tabelul 5.3** Compoziția chimică a materialului tije de șold

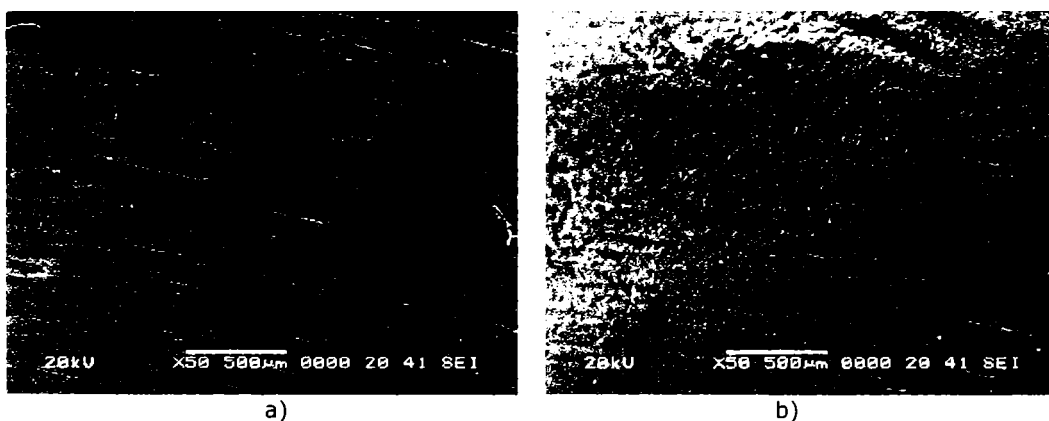
Elementul	Încercarea 1, %	Încercarea 2, %	Încercarea 3, %	Încercarea 4, %	Media, %	Abaterea standard, %
Fe	69.09	69.37	69.23	69.05	69.19	0.1452
C	0.0505	0.0429	0.0453	0.0414	0.0450	0.0040
Si	0.3749	0.3760	0.3991	0.3706	0.3802	0.0128
Mn	1.471	1.440	1.475	1.469	1.464	0.0163
P	0.0179	0.0227	0.0278	0.0236	0.0230	0.0040
S	0.0057	0.0062	0.0079	<0.004	<0.006	0.0014
Cr	17.79	17.92	17.83	17.91	17.86	0.0597
Ni	10.21	9.840	9.936	10.11	10.03	0.1676
Mo	0.2352	0.2360	0.2591	0.2533	0.2459	0.0121
Cu	0.0946	0.0885	0.0935	0.0949	0.0929	0.0029
Ti	0.4249	0.4108	0.4426	0.4266	0.4262	0.0130
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	0.1354	0.1494	0.1470	0.1444	0.1441	0.0061

Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316Ti**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.4. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277], cu excepția C, este mai mult cu aproximativ 0,01% și a Ni, care este mai puțin cu aproximativ 3%.

**Tabelul 5.4** Compoziția chimică conform, ASTM A 240-00, ASTM A 276-98 (tija de șold)

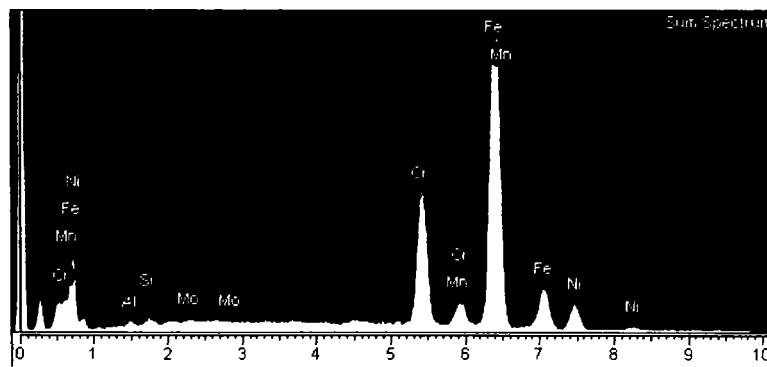
Elementul	min., %	max., %	Altele, %
C		0.08	
Si		0.75	
Mn		2,00	
P		0.045	
S		0.030	
Cr	16	18	
Mo	2,00	3,00	
N		0,100	
Ni	10,00	14,00	
-			$Ti \geq 5x(C+N) \leq 0,70$

În figura 5.13 se prezintă aspectul suprafeței uzate din tija șold, microfotografiile fiind realizate cu ajutorul *microscopul electronic cu baleiaj JEOL 5600* din dotarea *Catedrei de Știința și Tehnologia Materialelor din cadrul Facultății de Știința și Ingineria Materialelor a Universității Tehnice Cluj Napoca*.

**Figura 5.13** Aspectul suprafeței uzate a tijeii de șold, SEM 50x

Se observă existența uzurii abrazive ca urmare a frecării tijă – os care, cu siguranță a dat naștere unor particule de uzare care au pătruns în organism.

Pentru a determina natura compușilor din suprafața uzată a tijeii de șold, s-a efectuat baleierea cu microsonda electronică a *microscopului electronic cu baleiaj JEOL 5600*, pentru determinarea spectrului de raze X (figura 5.14).

**Figura 5.14** Spectrul de raze X din suprafața uzată a tijeii de șold

În tabelul 5.5 se prezintă concentrațiile masice ale elementelor/ compușilor prezenți în suprafața examinată a tije. K și L reprezintă nivelele energetice ale electronilor Auger baleiați de electroni incidenti. Intensitatea liniilor spectrale caracteristice corespund fiecărui element detectat și amplificat prin sistemul propriu al microscopului electronic.

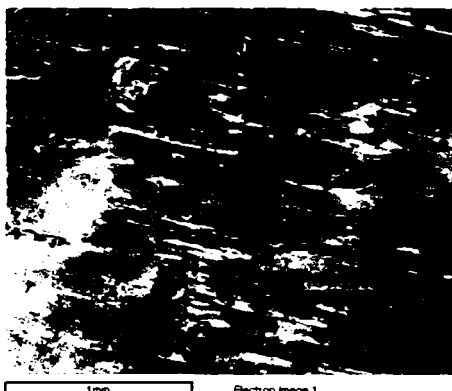
**Tabelul 5.5** Compoziția chimică a elementelor detectate în suprafața examinată a tije de șold

<i>Element</i>	<i>Concentrația masică, %</i>	<i>Abaterea standard</i>
Al K	0.47	0.08
Si K	0.56	0.07
Cr K	18.26	0.23
Mn K	1.88	0.19
Fe K	69.94	0.38
Ni K	8.45	0.30
Mo L	0.44	0.17
Total	100,00	

S-a pus în evidență dispersia relativă a elementelor Al, Si, Mn, care duc la formarea aluminurilor, silicaților și a sulfurilor de Mn.

Natura compușilor prezenți în suprafața de rupere poate fi apreciată pornind de la dispersia elementelor pe un element de suprafață (figura 5.15).

În suprafața examinată din tija de șold se constată o distribuție destul de uniformă a elementelor crom, fier și nichel (figurile 5.15 e, 5.15 f și 5.15 g). Se observă neuniformitatea distribuției carbonului (figura 5.15 b) și siliciului (figura 5.15 d), care se poate explica prin prezența aglomerărilor de incluziuni nemetalice de tipul carburilor sau silicaților prezenți în material, precum și a oxizilor în suprafață (distribuția oxigenului, figura 5.15 c).



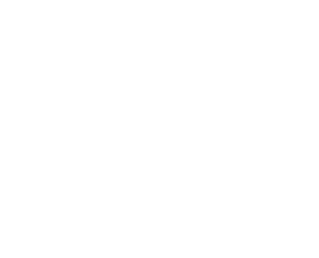
a) aspectul SEM al suprafeței de rupere baleiate în vederea examinării cu raze X



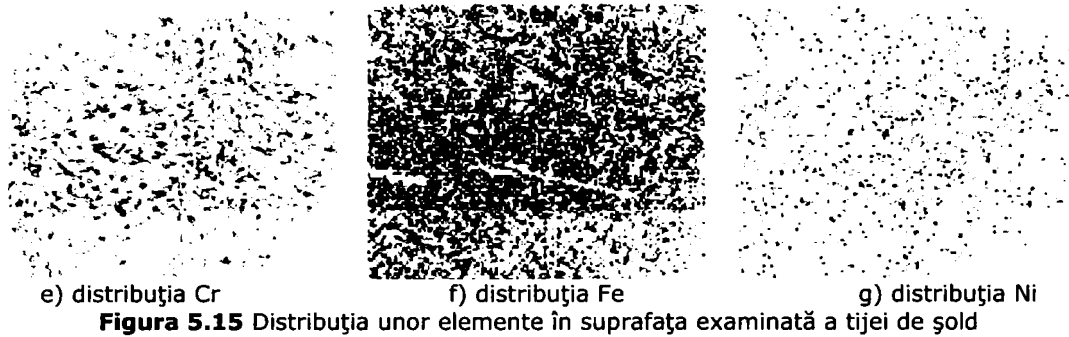
b) distribuția C



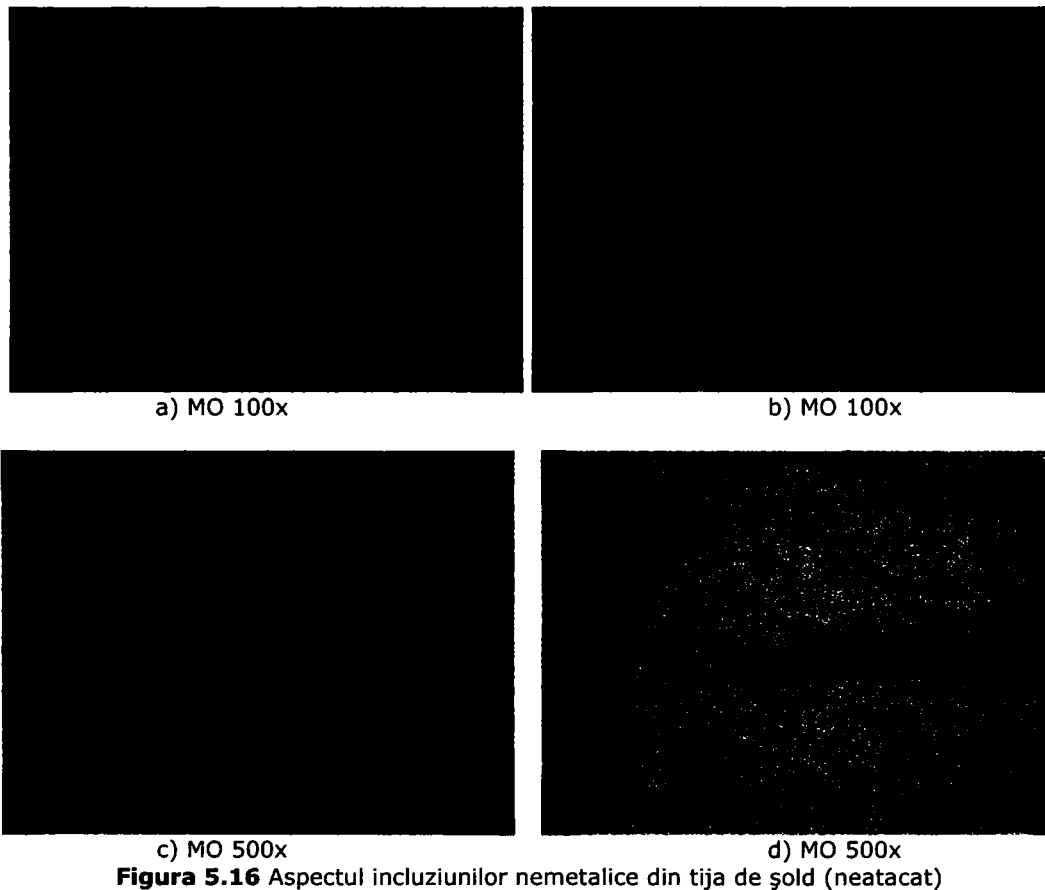
c) distribuția O



d) distribuția Si



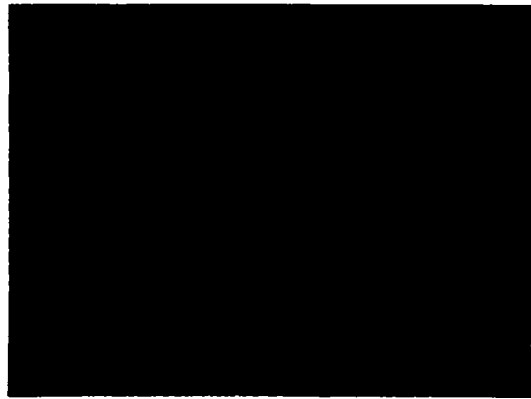
Aceste incluziuni au fost evidențiate prin analiză metalografică, folosind *microscopul optic metalografic Olympus BX51M* pe probe neatacate (figura 5.16). Probele au fost examinate metalografic în secțiune transversală.



În figura 5.17 se prezintă aspectul microscopic al defectelor din suprafața tijei de șold analizate.



a) suprafață între rizuri, MO 100x



b) suprafață implant, MO 100x



c) suprafață între rizuri, MO 200x



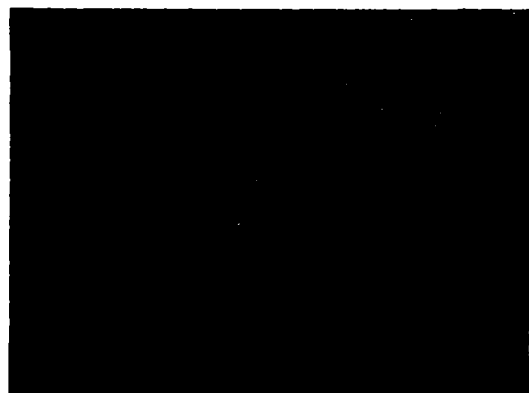
d) suprafață între rizuri, MO 500x

**Figura 5.17** Aspectul suprafeței tije de șold (neatacat)

Microstructurile specifice tije de șold din diferite zone, după pregătirea probei metalografice și atacul chimic, se prezintă în figura 5.18.



a) MO 100x



b) ferită delta, MO 500x





c) ferită delta, MO 1000x



d) sensibilizare la coroziune, MO 500x

**Figura 5.18** Microstructurile corespunzătoare tijei de sold

Analiza experimentală efectuată a condus la concluzia că ieșirea din uz a implantului s-a datorat pierderii legăturii dintre cimentul de polimetilmetacrilat (PMMA) și femur, care a permis mișcarea tijei în interiorul femurului. Efortul a fost transmis la femur doar prin intermediul capătului inferior al tijei, pe care s-au identificat urme de uzură.

Materialul tijei a fost identificat ca fiind AISI 316Ti, cu un conținut relativ ridicat de ferită delta și de incluziuni nemetalice, care au provocat coroziunea în stratul superficial.

Mișcarea abrazivă dintre două materiale cu duritate diferită este întotdeauna asociată cu riscul de uzare severă [178]. Aceasta eliberează o cantitate considerabilă de particule metalice de uzare în țesut, dacă implantul nu a fost revizuit în vederea pierderii aseptice [79].

Examinarea interfeței dintre os și cimentul osos acrilic la subiecții cu implante pe termen lung, realizată la autopsie a demonstrat și prezența inflamației cu macrofage, în faza inițială a resorbției osului, datorită particulelor rezultate în urma uzării [21], [183]. Cercetări extinse de-a lungul anilor au identificat „boala particulei” prin caracterizarea produșilor de uzură, corelată cu tipul implantului și proiectarea acestuia [132]. Studii asupra reacțiilor țesutului la particulele rezultate în urma uzării necesită evaluare histologică specială [187] fiind preluate în standarde aprobate unanim, în alte referințe și în multe alte studii disponibile în literatura ortopedică sau histotehnologică [222], [223], [236], [258], [259], [260], [261], [262], [270].

Recuperarea și analiza implantelor oferă informații critice pentru înțelegerea fixării implantelor în os. S-a demonstrat că osteointegrarea directă os – metal a implantelor dentare sub formă de tijă de oțel inoxidabil austenitic a fost posibilă datorită tehnicilor chirurgicale controlate atent și a pregătirii suprafeței implantului [1]. Pentru a facilita creșterea osoasă pot fi aplicate acoperiri poroase ale implantelor, relația dintre mărimea porilor și creșterea osului fiind obținută din studiile implantelor recuperate [30].

Unele dintre modelele de plăci de osteosinteză pentru diferite fracturi demonstrează coroziuni semnificative, care au fost atribuite, inițial, utilizării metalelor combinate (spre exemplu, plăcuță de osteosinteză din 316L fixată cu șuruburi din 304L) [28] și mai târziu, coroziunii microgalvanice [89], precum și coroziunii prin micromișcare și frecare dintre componente [15].

Astfel, în cadrul tezei, pentru completarea acestor studii de avariere, autoarea analizează mecanismul de avariere a unor implante din aliaje Cr-Ni pentru

osteosinteza fracturilor femurale și a unor fracturi ale membrului superior de tipul plăcuțelor de osteosinteză, recuperate de la diverși pacienți tratați în cadrul *Clinicii I Ortopedie - Traumatologie Timișoara*, în perioada 2002- 2007:

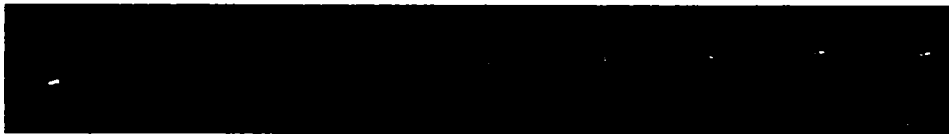
- implant 1: placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur;
- implant 2: placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur;
- implant 3: placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur;
- implant 4: placă de osteosinteză pentru fracturi trohanteriene;
- implant 5: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius;
- implant 6: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de humerus;
- implant 7: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius;
- implant 8: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius;
- implant 9: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius;
- implant 10: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius;
- implant 11: placă de osteosinteză pentru fractură de claviculă.

Aceste implante au funcționat în mediul biologic al organismului uman la diferiți pacienți internați în *Clinica I Ortopedie - Traumatologie Timișoara*, în perioada 2002 – 2007. După acest interval de timp post-operator, în urma solicitărilor repetate, pacienții au prezentat fracturi ale membrului respectiv, cu degradarea materialului de osteosinteză, intervenindu-se chirurgical și practicându-se extragerea materialului degradat și refacerea osteosintezei cu o nouă placă.

În figura 5.19 se prezintă aspectul implantelor analizate.



a) implant 1 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur)



b) implant 2 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur)



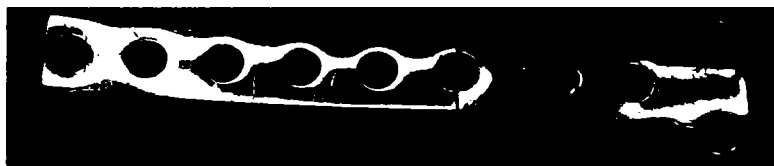
c) implant 3 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur)



d) implant 4 (placă de osteosinteză pentru fracturi trohanteriene)



e) implant 5 (plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius)



f) implant 6 (plăcuță de osteosinteză pentru fractură de humerus)



g) implant 7 (plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius)



h) implant 8 (plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius)



i) implant 9 (plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius)



j) implant 10 (plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius)



k) implant 11 (placă pentru fracturi de claviculă)

**Figura 5.19** Aspectul implantelor analizate

Compoziția chimică a materialelor din implante s-a realizat prin spectrometrie de emisie optică cu *aparatură ARL QuantoDesk Spectrometer*.

Implantele au fost pregătite metalografic în secțiuni transversală, în vederea examinării microscopice cu ajutorul *microscopului optic metalografic Olympus BX51M*.

Înainte de prelevare și pregătite, a fost examinat aspectul macroscopic al suprafețelor avariate cu ajutorul *microscopului stereo Olympus SZX7* din dotarea *Laboratorului de încercări, acreditat RENAR în baza SR EN ISO/ CEI 17025: 2005 [276], certificat de acreditare nr. 477-L* (figura 5.20).



**Figura 5.20** Microscopul stereo Olympus SZX7

Pentru unele dintre implantate s-a realizat simularea cu ajutorul elementelor finite a comportării acestora la solicitări asemănătoare celor din mediul biologic, în vederea determinării tensiunilor și deformațiilor maxime la care ele rezistă.

De asemenea, s-a realizat o simulare cu elemente finite a mecanismului de rupere la oboseală pentru o plăcuță femurală de osteosinteză, precum și analiza ruperii.

### **Implant 1: placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale**

În tabelul 5.6 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 1, iar în tabelul 5.7 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează.

**Tabelul 5.6** Compoziția chimică a materialului implantului 1 – placă pentru osteosinteză oase lungi

<i>Elementul</i>	<i>Încercarea 1, %</i>	<i>Încercarea 2, %</i>	<i>Încercarea 3, %</i>	<i>Încercarea 4, %</i>	<i>Media, %</i>	<i>Abaterea standard, %</i>
Fe	68.48	68.31	68.46	68.27	68.38	0.1057
C	0.0557	0.0555	0.0533	0.0548	0.0548	0.0011
Si	0.5086	0.4927	0.4747	0.4949	0.4927	0.0140
Mn	1.530	1.540	1.515	1.555	1.535	0.0169
P	0.0380	0.0398	0.0359	0.0358	0.0374	0.0019
S	0.0091	0.0088	0.0091	0.0068	0.0085	0.0011
Cr	16.11	16.14	16.22	16.29	16.19	0.0802
Ni	10.19	10.35	10.22	10.27	10.26	0.0708
Mo	2.473	2.447	2.402	2.413	2.434	0.0325
Cu	0.1329	0.1343	0.1354	0.1363	0.1347	0.0015
Ti	0.2621	0.2648	0.2600	0.2632	0.2625	0.0020
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.001	<0.000	0.0006
Co	0.1172	0.1211	0.1140	0.1110	0.1158	0.0043

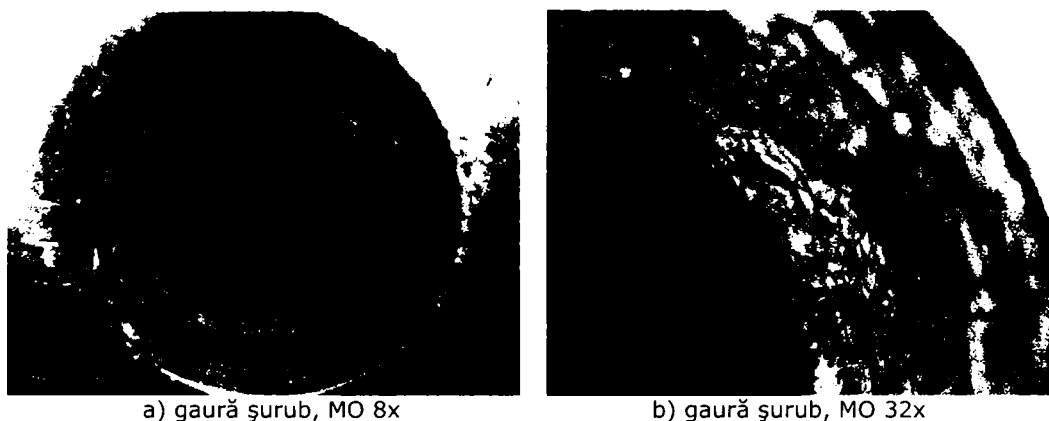
Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98

*Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.7. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

**Tabelul 5.7** Compoziția chimică conform, ASTM A 240-00, ASTM A 270-98, ASTM A 276-98 (AISI 316)

<i>Elementul</i>	<i>min., %</i>	<i>max., %</i>	<i>Altele, %</i>
C		0.08	
Si		0.75	
Mn		3,00	
P		0.045	
S		0.030	
Cr	16	18	
Mo	2	3	
N	0	0,10	
Ni	10	14	

În figura 5.21 se prezintă aspectul macroscopic al zonelor cu defecte, precum și aspectul suprafeței de rupere pentru implantul 1 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur).



**Figura 5.21** Aspectul macroscopic al suprafețelor de rupere ale implantului 1 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur)

Se observă corозиunea cavernoasă datorată frecării dintre capul șurubului și locașul găurii prevăzută în plăcuță, precum și ușoare deformări plastice ce duc la alterarea formei geometrice circulare a găurilor.

Aspectul stereomicroscopic al suprafeței de rupere indică o structură fibroasă, datorată frecării celor două părți, după ruperea (figura 5.22).



**Figura 5.22** Aspectul suprafeței de rupere al plăcuței 1, MO 25x

Aspectul microscopic al plăcuței 1, înainte de atacul metalografic, se prezintă în figura 5.23.



a) MO 100x



b) MO 500x



c) MO 500x

**Figura 5.23** Aspectul incluziunilor nemetalice din plăcuța 1 (neatacat)

Nitrurile și carbonitrurile (aspect poliedric) au dimensiuni relativ reduse (10-20  $\mu\text{m}$ ) și apar atât separate, cât și sub formă de șiruri.

Aspectul suprafeței corodate din zona teșiturii găurii de șurub, înainte de atac, se prezintă în figura 5.24.



a) MO 100x

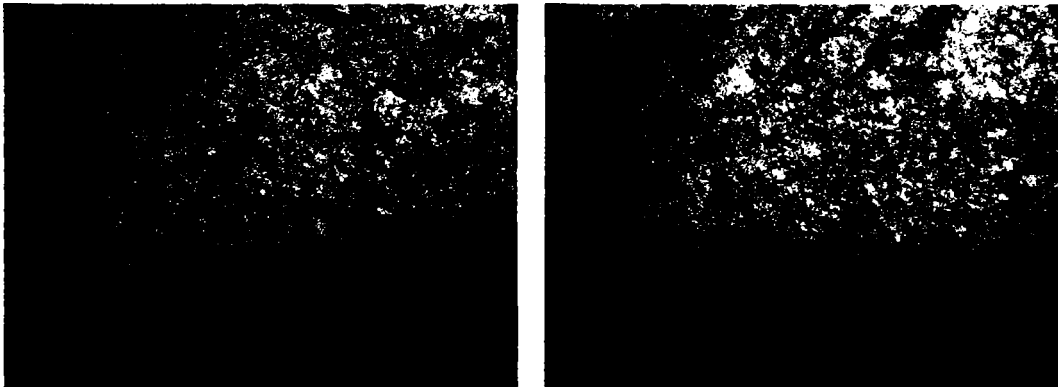
b) MO 500x

**Figura 5.24** Aspectul suprafeței plăcuței 1 (neatacat)

Suprafața implantului relevă următoarele:

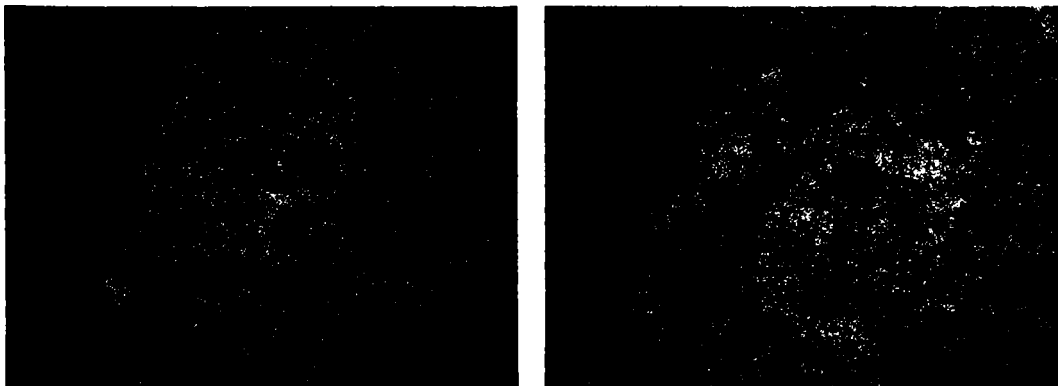
- se evidențiază oxizi în suprafața examinată (figura 5.24 a și b);
- se evidențiază exfolieri, datorate coroziunii cavernoase prezente în suprafața găurilor.

Microstructurile implantului 1 din diferite zone, după atacul chimic, se prezintă în figura 5.25.



a) suprafață deformată, gaură, MO 100x

b) suprafață corodată, gaură, MO 100x



c) miez, MO 500x

d) miez, MO 500x

**Figura 5.25** Microstructurile corespunzătoare plăcuței 1

Analizele au evidențiat ruperea ca urmare a amorselor provocate de coroziunea din zona teșiturii găurilor de șurub. Coroziunea a fost favorizată de acțiunea instrumentelor chirurgicale asupra plăcii.

### **Implant 2: placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale**

În tabelul 5.8 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 2 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale), iar în tabelul 5.9 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează.

**Tabelul 5.8** Compoziția chimică a materialului implantului 2 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale)

<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	66.46	66.50	66.47	66.42	66.46	0.0326
C	0.0373	0.0392	0.0384	0.0484	0.0408	0.0051
Si	0.4743	0.4911	0.5017	0.4953	0.4906	0.0117
Mn	1.570	1.565	1.578	1.570	1.571	0.0054
P	0.0282	0.0290	0.0273	0.0306	0.0288	0.0014
S	0.0071	0.0073	0.0069	0.0097	0.0078	0.0013
Cr	17.44	17.46	17.42	17.52	17.46	0.0416
Ni	11.18	11.05	11.13	11.01	11.09	0.0782
Mo	2.151	2.207	2.158	2.254	2.193	0.0477
Cu	0.1380	0.1412	0.1400	0.1350	0.1386	0.0027
Ti	0.3087	0.3144	0.3209	0.3083	0.3131	0.0059
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0001
Co	0.0968	0.0996	0.1067	0.1041	0.1018	0.0044

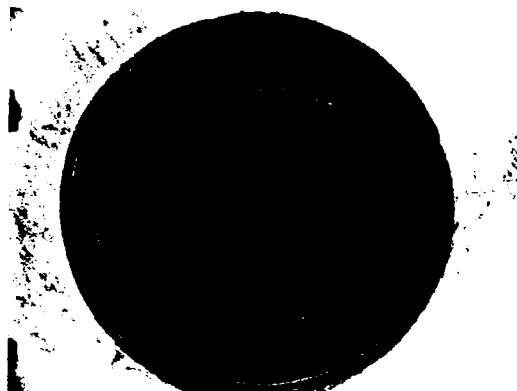
Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 321**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.9. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

**Tabelul 5.9** Compoziția chimică conform ASTM A 240-00, ASTM A 276-98 (AISI 321)

<b>Elementul</b>	<b>min., %</b>	<b>max., %</b>	<b>Altele, %</b>
C		0.08	
Si		0.75	
Mn		2,00	
P		0.045	
S		0.030	
Cr	17	19	
N		0.100	
Ni	9	12	
-			$Ti \geq 5x(C+N) \leq 0,70$

În figura 5.26 se prezintă aspectul microscopic al zonei cu defecte în suprafața unei găuri de șurub, pentru implantul 2 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale).

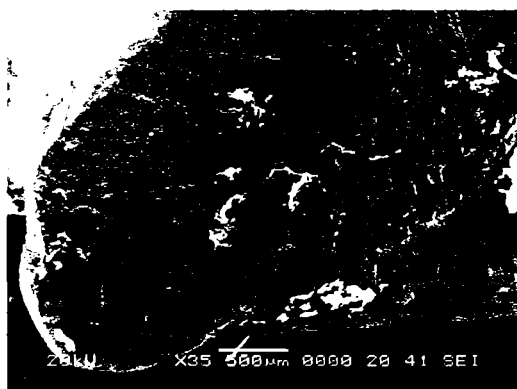




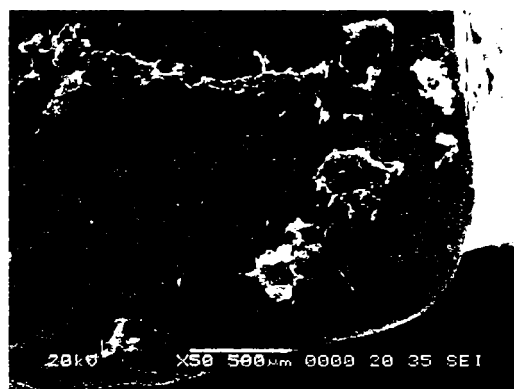
**Figura 5.26** Aspectul macroscopic al suprafeței unei găuri de șurub a implantului 2 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale), MO 8x

Se observă corозиunea cavernoasă datorată frecării dintre capul șurubului și locașul găurii prevăzută în plăcuță, precum și ușoare deformări plastice ce duc la alterarea formei geometrice circulare a găurilor.

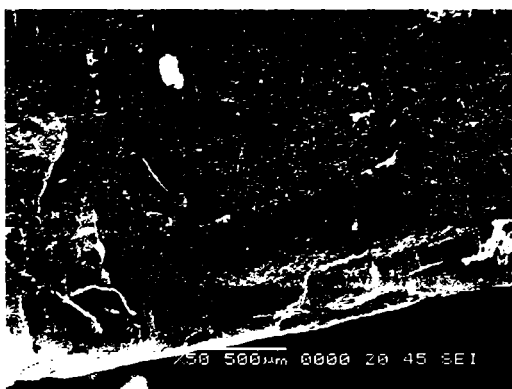
Suprafața de rupere a plăcuței 2 a fost examinată la *microscopul electronic cu baleiaj JEOL 5600*, evidențiindu-se prezența unor micro-fisuri, datorate unei rupei ductile (figura 5.27 a, b, c), iar în figura 5.27 d și e se evidențiază prezența incluziunilor nemetalice în suprafața de rupere.



a) SEM 35x



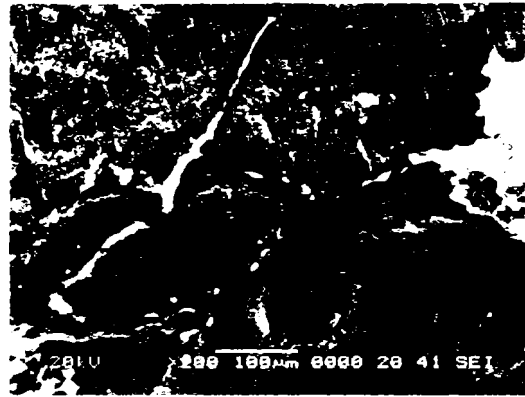
b) SEM 50x



c) SEM 50x



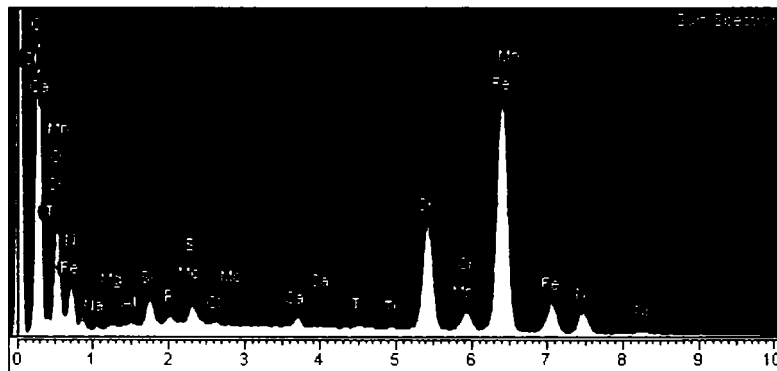
d) SEM 200x



e) SEM 200x

**Figura 5.27** Aspectul suprafeței de rupere a plăcuței 2

Pentru a determina natura compușilor din suprafețele de rupere a plăcuței, s-a efectuat baleierea cu microsonda electronică a *microscopului electronic cu baleiaj JEOL 5600*, pentru determinarea spectrului de raze X (figura 5.28).

**Figura 5.28** Spectrul de raze X din suprafețele examinate ale implantului 2

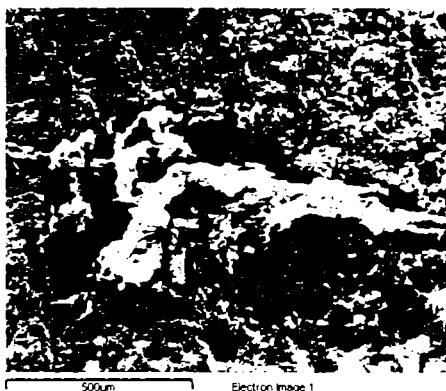
În tabelul 5.10 se prezintă concentrațiile masice ale elementelor/ compușilor prezenți în suprafețele examinate. Se observă o dispersie relativă mai mare a elementelor O, Si, S, Fe, care la rândul lor pot fi explicate atât prin stratul de oxid de Fe de pe suprafața plăcuței, precum și prin diversele incluziuni nemetalice de tipul oxizilor, silicaților și sulfurilor.

**Tabelul 5.10** Compoziția chimică a elementelor detectate în suprafața examinată a plăcuței 2

<b>Element</b>	<b>Concentrația masică, %</b>	<b>Abaterea standard</b>
C K	53,01	1,36
O K	10,16	2,02
Na K	0,17	0,10
Mg K	0,11	0,06
Al K	0,09	0,05
Si K	0,70	0,06
P K	0,19	0,06
S K	0,30	0,18
Cl K	0,07	0,05
Ca K	0,32	0,06
Ti K	0,13	0,08
Cr K	6,92	0,26

<i>Element</i>	<i>Concentrația masică, %</i>	<i>Abaterea standard</i>
Mn K	0,81	0,16
Fe K	23,34	0,69
Ni K	3,28	0,27
Mo L	0,39	0,50
Total	100.00	

Natura compușilor prezenți în suprafața de rupere poate fi apreciată pornind de la dispersia elementelor pe o zonă din suprafață (figura 5.29).



a) aspectul SEM al suprafeței de rupere baleiate în vederea examinării cu raze X



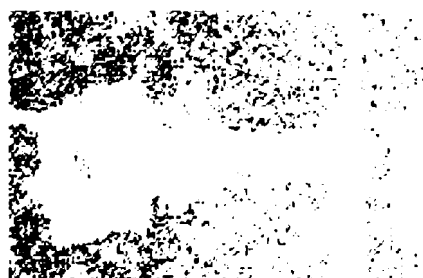
b) distribuția C

c) distribuția O

d) distribuția Si



e) distribuția Cr



f) distribuția Fe



g) distribuția Ni

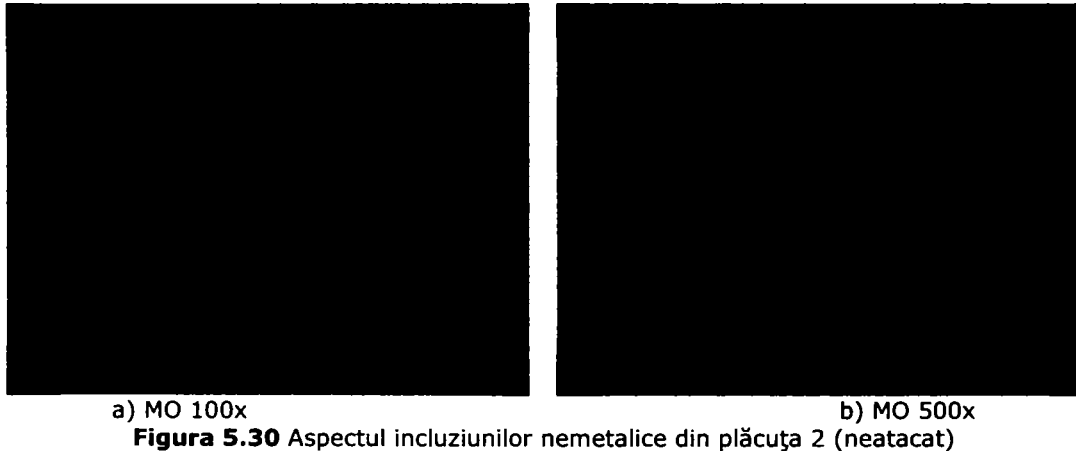
**Figura 5.29** Distribuția unor elemente în suprafața examinată a plăcuței 2

Zonele cu conținut mai sărac de crom, fier și nichel (figurile 5.29 e, 5.29 f și 5.29 g) pot fi explicate prin existența unor compuși care conțin aceste elemente în proporții mai reduse. O parte dintre acești compuși pot fi carburi (în figura 5.29 b se evidențiază concentrații mari de carbon în zone cu conținut redus de fier, crom și nichel). Se poate constata că incluziunile de tipul carburilor de crom, specifice

oțelurilor inoxidabile, au dimensiuni care permit evidențierea lor pe diagrama de distribuție a cromului. De asemenea, conținutul ridicat de oxigen duce la formarea oxizilor de suprafață.

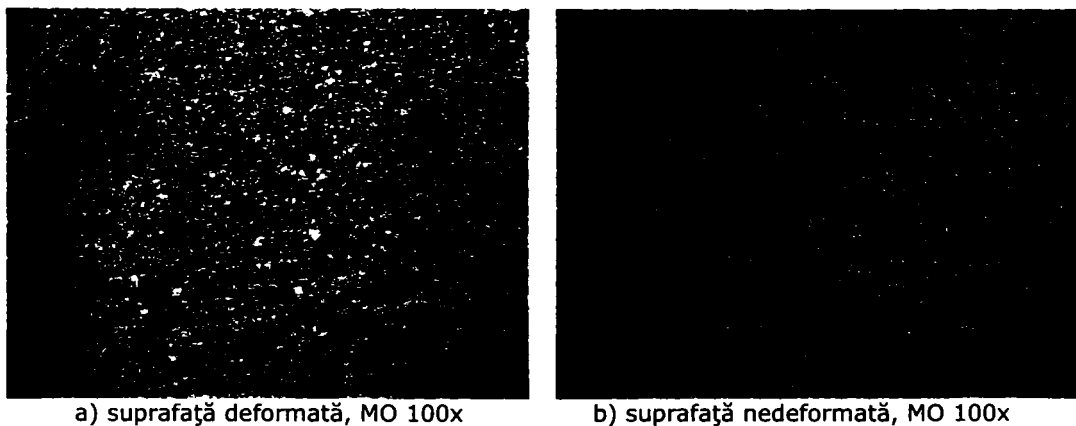
Prezența altor zone cu conținut redus de fier și crom din secțiunea plăcii de osteosinteză poate fi explicată prin prezența impurităților de tipul nitrurilor și carbonitrurilor de titan. Aceste incluziuni au fost evidențiate prin analiză optică metalografică, folosind *microscopul optic metalografic Olympus BX51M* pe probe neatacate, în secțiune transversală.

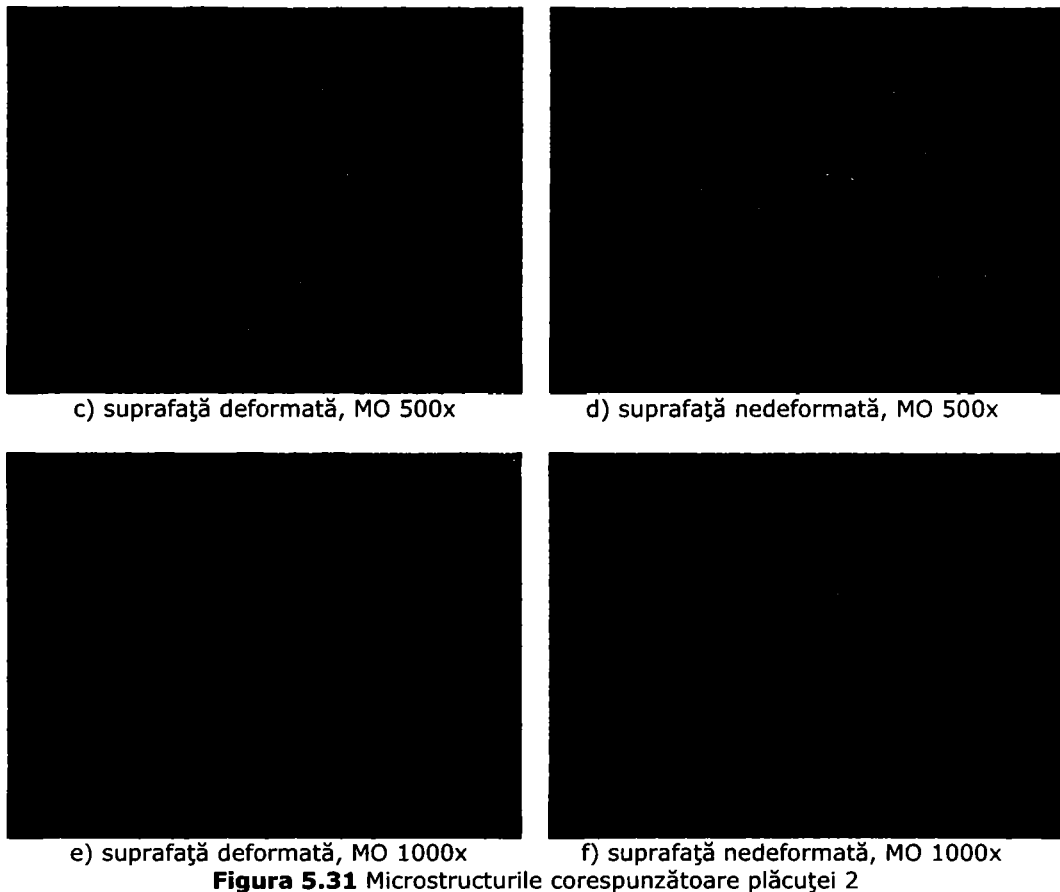
Aspectul microscopic al plăcuței 2, înainte de atacul metalografic, se prezintă în figura 5.30.



Nitrurile și carbonitrurile (aspect poliedric) au dimensiuni relativ reduse (10-20  $\mu\text{m}$ ) și apar atât separate, cât și sub formă de șiruri.

Microstructurile implantului 2 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale) din diferite zone, după atacul chimic, se prezintă în figura 5.31.





**Figura 5.31** Microstructurile corespunzătoare plăcuței 2

Materialul din care este realizat implantul conține cantități mari de incluziuni nemetalice, este corodat pe toată suprafața, iar zona de rupere a fost puternic afectată la montarea plăcuței.

### **Implant 3: placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale**

În tabelul 5.11 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 3, compoziția chimică echivalentă corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează este prezentată în tabelul 5.7.

**Tabelul 5.11** Compoziția chimică a materialului implantului 3 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale)

<i>Elementul</i>	<i>Încercarea 1, %</i>	<i>Încercarea 2, %</i>	<i>Încercarea 3, %</i>	<i>Încercarea 4, %</i>	<i>Media, %</i>	<i>Abaterea standard, %</i>
Fe	67.85	67.96	68.02	68.12	67.99	0.1103
C	0.0431	0.0465	0.0514	0.0529	0.0485	0.0045
Si	0.3777	0.3717	0.3790	0.3616	0.3725	0.0079
Mn	1.477	1.476	1.493	1.475	1.480	0.0083
P	>0.044	>0.045	>0.048	>0.046	>0.046	0.0017
S	0.0088	0.0093	0.0103	0.0109	0.0098	0.0009
Cr	16.78	16.80	16.81	16.63	16.75	0.0827
Ni	10.36	10.08	9.978	10.02	10.11	0.1717

<i>Elementul</i>	<i>Încercarea 1, %</i>	<i>Încercarea 2, %</i>	<i>Încercarea 3, %</i>	<i>Încercarea 4, %</i>	<i>Media, %</i>	<i>Abaterea standard, %</i>
Mo	2.266	2.410	2.421	2.504	2.400	0.0988
Cu	0.1927	0.1881	0.1868	0.1820	0.1874	0.0044
Ti	0.3708	0.3682	0.3584	0.3567	0.3635	0.0070
Nb	<0.000	<0.002	<0.004	<0.007	<0.003	0.0033
Co	0.1278	0.1396	0.1438	0.1358	0.1368	0.0068

Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.7. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277], cu excepția C și a P, care depășesc conținutul maxim admis cu aproximativ 0,02%.

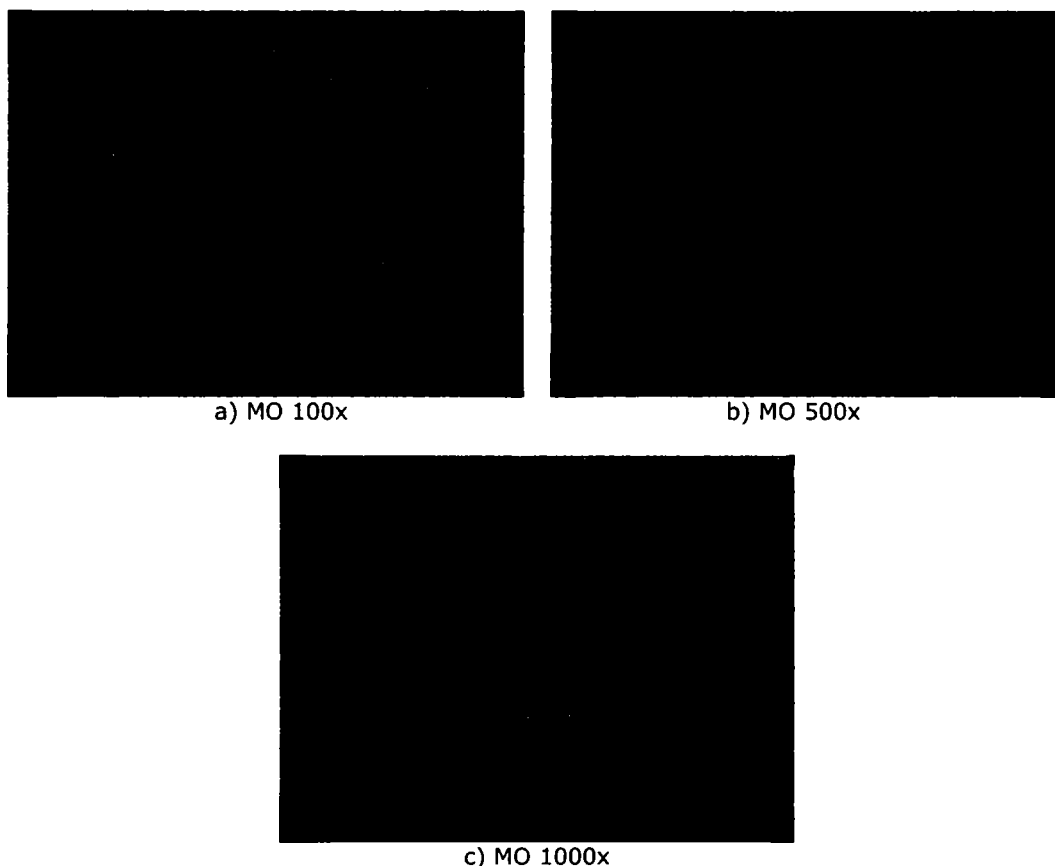
Aspectul microscopic al plăcuței 3, înainte de atacul metalografic, se prezintă în figura 5.32.



**Figura 5.32** Aspectul incluziunilor nemetalice din plăcuța 3, MO 500x (neatacat)

Nitruirile și carbonitruirile (aspect poliedric) au dimensiuni relativ reduse (10-20  $\mu\text{m}$ ) și apar atât separate, cât și sub formă de șiruri. Se observă șiruri fine de ferită delta.

Microstructurile implantului 3 (placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi femurale) din diferite zone, după atacul chimic, se prezintă în figura 5.33.



**Figura 5.33** Microstructurile corespunzătoare plăcuței 3

Ruperea se datorează solicitării excesive, probabil ca urmare a alegerii incorecte a dimensiunii plăcuței, dar și sensibilizării la coroziune intercristalină a materialului (figura 5.33 b).

#### **Implant 4: placă de osteosinteză pentru fracturi trohanteriene**

În tabelul 5.12 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 4, iar în tabelul 5.4 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează (AISI 316Ti).

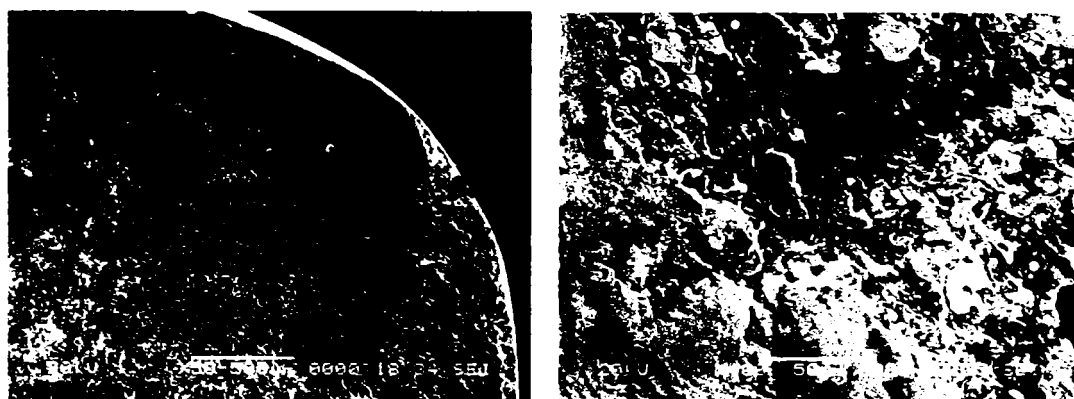
**Tabelul 5.12** Compoziția chimică a materialului implantului 4 pentru osteosinteza fracturilor trohanteriene

<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	68.31	68.08	68.20	68.21	68.20	0.0942
C	0.0404	0.0449	0.0441	0.0446	0.0435	0.0021
Si	0.3627	0.3606	0.3547	0.3707	0.3622	0.0066
Mn	1.472	1.480	1.477	1.476	1.476	0.0032
P	>0.046	>0.046	>0.046	>0.047	>0.046	0.0005
S	0.0107	0.0097	0.0113	0.0100	0.0104	0.0007
Cr	16.63	16.66	16.59	16.66	16.64	0.0332
Ni	9.964	10.06	10.01	10.00	10.01	0.0414

Elementul	Încercarea 1, %	Încercarea 2, %	Încercarea 3, %	Încercarea 4, %	Media, %	Abaterea standard, %
Mo	2.384	2.468	2.469	2.392	2.428	0.0465
Cu	0.1887	0.1854	0.1858	0.1863	0.1865	0.0015
Ti	0.3555	0.3631	0.3575	0.3602	0.3591	0.0033
Nb	<0.003	<0.005	<0.005	<0.000	<0.003	0.0025
Co	0.1350	0.1298	0.1413	0.1372	0.1358	0.0048

Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316Ti**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.4. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277], cu excepția C și a P, care depășesc conținutul maxim admis cu aproximativ 0,02%.

Suprafața de rupere a plăcuței 4 fost examinată cu ajutorul *microscopului electronic cu baleiaj JEOL 5600*, evidențiindu-se prezența unor microfisuri, datorate unei ruperi ductile (figura 5.34 a), iar în figura 5.34 b se evidențiază, în suprafața de rupere, prezența incluziunilor nemetalice.



a) SEM 50x

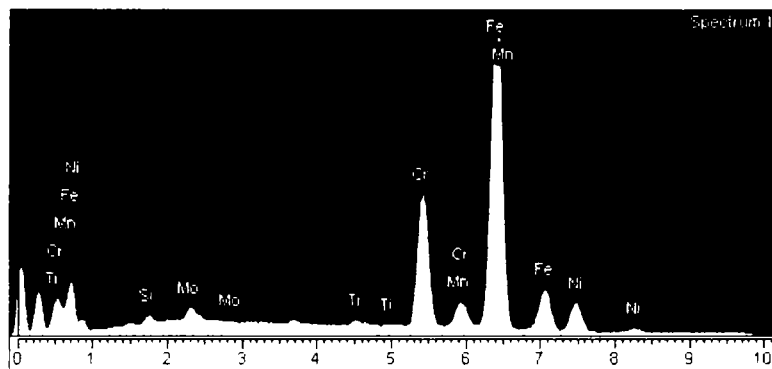
b) SEM 400x

**Figura 5.34** Aspectul suprafeței de rupere al plăcuței 4

Aspectul suprafeței de rupere indică o rupere ductilă (figura 5.34 a), se remarcă prezența incluziunilor (figura 5.34 b), care au dus la rupere, precum și microfisuri evidente în imaginile din figura 5.34.

Pentru a determina natura compușilor din suprafețele de rupere a plăcuței, s-a realizat baleierea cu microsonda electronică a *microscopului electronic cu baleiaj JEOL 5600*, pentru determinarea spectrului de raze X (figura 5.35).





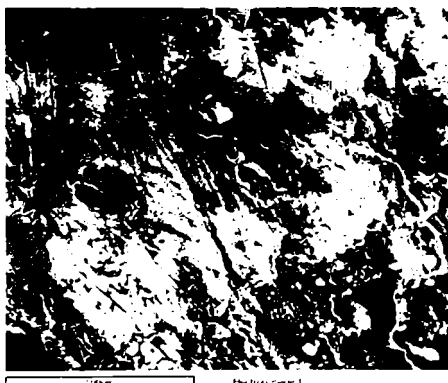
**Figura 5.35** Spectrul de raze X din suprafețele examinate ale implantului 4

În tabelul 5.13 se prezintă concentrațiile masice ale elementelor/ compușilor prezenți în suprafețele examinate. Se constată o dispersie mare a concentrațiilor elementelor pe diverse microarii. Dispersia relativă mai mare a titanului și siliciului la implantul 4 pentru osteosinteza fracturilor trohanteriene poate fi explicată prin prezența unor compuși care conțin aceste elemente (carbonitruri, silicați).

**Tabelul 5.13** Compoziția chimică a elementelor detectate în suprafața examinată a implantului 4 pentru osteosinteza fracturilor trohanteriene

<b>Element</b>	<b>Concentrația masică, %</b>	<b>Abaterea standard</b>
Si K	0,85	1,29
Ti K	0,33	1,34
Cr K	17,82	3,65
Mn K	1,81	2,94
Fe K	67,23	6,07
Ni K	9,71	4,87
Mo L	2,25	3,18
<b>Total</b>	<b>100,00</b>	

Natura compușilor prezenți în suprafața de rupere poate fi apreciată pornind de la dispersia elementelor pe un element de suprafață (figura 5.36).



a) aspectul SEM al suprafeței de rupere baleiate în vederea examinării cu raze X



b) distribuția Si

c) distribuția Cr

d) distribuția Fe

**Figura 5.36** Distribuția unor elemente în suprafața examinată a implantului 4 pentru osteosinteza fracturilor trohanteriene

Zonele cu conținut mai sărac de crom și fier (figurile 5.36 c și 5.36 d) pot fi explicate prin existența unor compuși care conțin aceste elemente în proporții mai reduse. O parte dintre acești compuși pot fi silicați (în figura 5.36 b se evidențiază concentrații mari de siliciu în zone cu conținut redus de fier și crom). Se poate constata că incluziunile de tipul carburilor de crom, specifice oțelurilor inoxidabile, au dimensiuni reduse, care nu permit evidențierea lor pe diagrama de distribuție a cromului.

Prezența altor zone cu conținut redus de fier și crom poate fi explicată prin prezența impurităților de tipul nitrurilor și carbonitrurilor de titan.

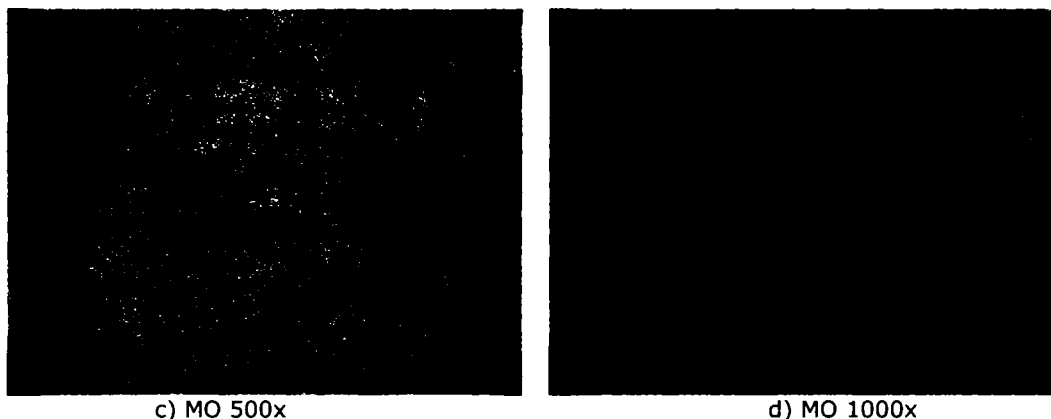
Microstructurile implantului 4 pentru osteosinteza fracturilor trohanteriene din diferite zone, după pregătirea probei metalografice și atacul chimic, se prezintă în figura 5.37.



a) MO 100x



b) MO 500x



c) MO 500x d) MO 1000x  
**Figura 5.37** Microstructurile corespunzătoare plăcuței 4 pentru osteosinteza fracturilor trohanteriene

Materialul analizat are un conținut ridicat de incluziuni, ceea ce conduce la apariția unor forme severe de coroziune în zonele de fixare a șuruburilor, dar și pe suprafețele libere. Se apreciază că ruperea s-a produs ca urmare a solicitării ciclice, fiind favorizată de acțiunea coroziunii (coroziune prin oboseală).

#### **Implant 5: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius**

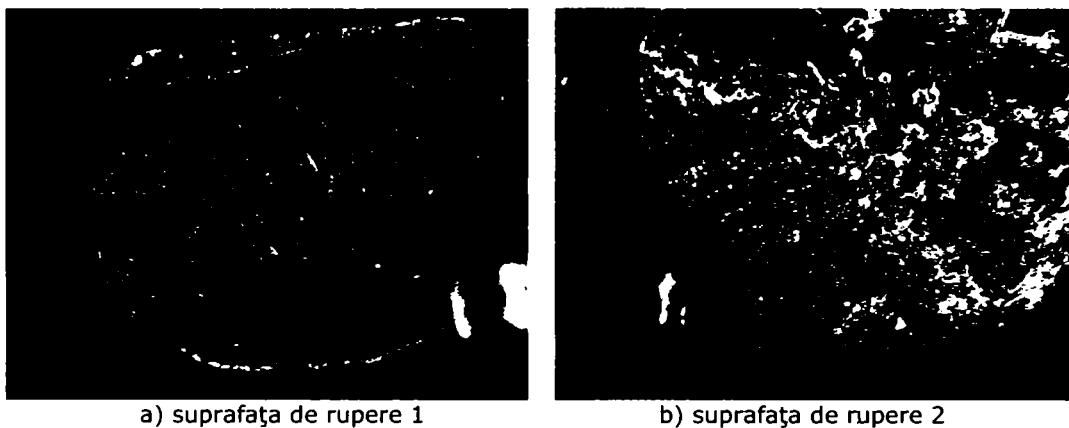
În tabelul 5.14 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 5, iar în tabelul 5.7 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează (AISI 316).

**Tabelul 5.14** Compoziția chimică a materialului implantului 5, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	67.50	67.77	67.50	67.62	67.60	0.1245
C	0.0480	0.0464	0.0488	0.0511	0.0486	0.0020
Si	0.4424	0.4352	0.4284	0.4516	0.4394	0.0099
Mn	1.266	1.272	1.275	1.287	1.275	0.0090
P	0.0333	0.0325	0.0313	0.0315	0.0321	0.0009
S	0.0075	0.0062	0.0076	0.0084	0.0074	0.0009
Cr	16.85	16.85	16.87	16.91	16.87	0.0250
Ni	11.13	10.97	11.17	10.80	11.01	0.1666
Mo	1.978	1.929	1.974	2.130	2.003	0.0874
Cu	0.1534	0.1499	0.1576	0.1529	0.1534	0.0031
Ti	0.2249	0.2317	0.2263	0.2343	0.2293	0.0044
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	0.2628	0.2102	0.2092	0.2224	0.2261	0.0252

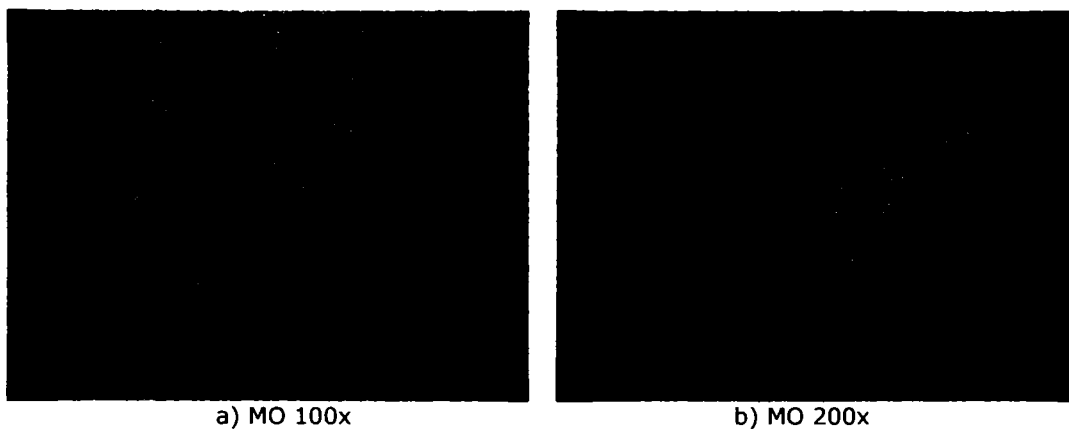
Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.7. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277], cu excepția C, care depășește conținutul maxim admis.

În figura 5.38 se prezintă aspectul macroscopic al zonelor cu defecte, precum și aspectul suprafeței de rupere pentru implantul 5, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius.



**Figura 5.38** Aspectul macroscopic al suprafețelor de rupere ale implantului 5, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, MO 16 x

Microstructurile implantului 5, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, din diferite zone, după pregătirea metalografică și atacul chimic, se prezintă în figura 5.39.





c) MO 500x

**Figura 5.39** Microstructurile specifice implantului 5, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

Aspectul macroscopic al suprafeței de rupere indică o rupere prin oboseală pornind de la amorse create la montaj pe suprafața plăcuței.

### **Implant 6: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de humerus**

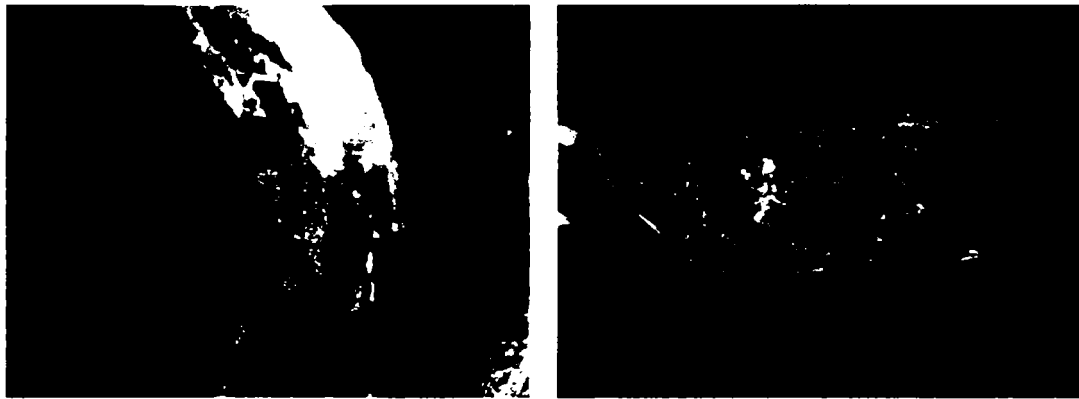
În tabelul 5.15 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 6, iar în tabelul 5.7 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează (AISI 316).

**Tabelul 5.15** Compoziția chimică a materialului implantului 6, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de humerus

<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	64.21	0.0340	64.12	63.96	64.09	0.1065
C	0.0246	0.5409	0.0315	0.0635	0.0384	0.0172
Si	0.5228	1.029	0.5311	0.5422	0.5342	0.0091
Mn	1.009	0.0179	1.021	1.060	1.030	0.0216
P	0.0167	0.0092	0.0150	0.0177	0.0168	0.0013
S	0.0085	17.88	0.0087	0.0086	0.0087	0.0003
Cr	17.82	13.48	17.83	18.21	17.94	0.1882
Ni	13.57	2.772	13.56	13.17	13.44	0.1900
Mo	2.640	0.0316	2.703	2.768	2.721	0.0627
Cu	0.0311	<0.007	0.0316	0.0335	0.0320	0.0011
Ti	<0.007	<0.000	<0.007	<0.008	<0.007	0.0006
Nb	<0.000	0.0572	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	0.0369	0.0340	0.0412	0.0539	0.0473	0.0098

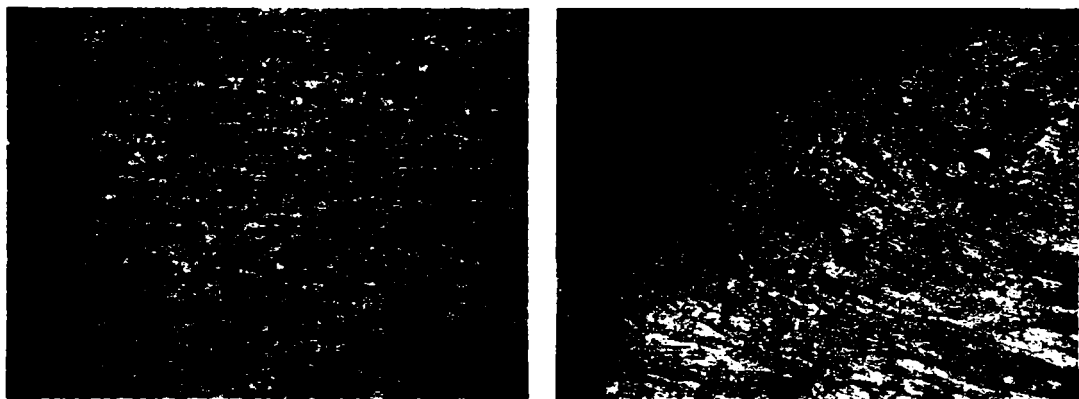
Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.7. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

În figura 5.40 se prezintă aspectul macroscopic al zonelor cu defecte și aspectul suprafeței de rupere pentru implantul 6.



a) zonă corodată în suprafața găurii, MO 16 x      b) suprafața de rupere, MO 12,5x  
**Figura 5.40** Aspectul macroscopic al zonelor cu defecte ale implantului 6

Microstructurile implantului 6, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de humerus din diferite zone, după pregătirea metalografică și atacul chimic, se prezintă în figura 5.41.



a) miez, MO 100x      b) suprafață deformată, MO 200x



c) miez, MO 500x

**Figura 5.41** Microstructurile specifice implantului 6

Ruperea plăcuței s-a produs prin oboseală, amorsa de rupere fiind produsă prin coroziune cavernoasă pe suprafața de contact dintre capul șurubului și placă.

**Implant 7: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius**

În tabelul 5.16 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 7 plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, iar în tabelul 5.17 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează (AISI 316L).

**Tabelul 5.16** Compoziția chimică a materialului implantului 7, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

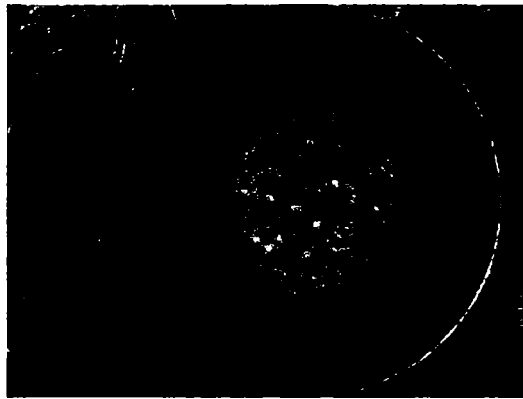
<i>Elementul</i>	<i>Încercarea 1, %</i>	<i>Încercarea 2, %</i>	<i>Încercarea 3, %</i>	<i>Încercarea 4, %</i>	<i>Media, %</i>	<i>Abaterea standard, %</i>
Fe	67.51	67.45	67.61	67.70	67.57	0.1100
C	0.0189	0.0212	0.0283	0.0296	0.0245	0.0053
Si	0.4331	0.4448	0.4285	0.4406	0.4367	0.0073
Mn	1.249	1.276	1.269	1.276	1.267	0.0127
P	0.0213	0.0256	0.0247	0.0258	0.0244	0.0021
S	<0.003	0.0051	0.0056	0.0064	0.0052	0.0012
Cr	17.11	17.14	16.96	17.05	17.06	0.0795
Ni	11.46	11.02	11.36	10.98	11.21	0.2412
Mo	1.795	2.196	1.906	2.078	1.994	0.1783
Cu	0.1331	0.1355	0.1354	0.1338	0.1345	0.0012
Ti	0.0252	0.0272	0.0264	0.0256	0.0261	0.0009
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	0.1385	0.1510	0.1385	0.1496	0.1444	0.0068

Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316L**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.17. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

**Tabelul 5.17** Compoziția chimică conform ASTM A 240-00, ASTM A 270-98, ASTM A 276-98 (AISI 316L)

<i>Elementul</i>	<i>min., %</i>	<i>max., %</i>	<i>Altele, %</i>
C		0.03	
Si		0.75	
Mn		2,00	
P		0.045	
S		0.030	
Cr	16	18	
Mo	2	3	
N		0,10	
Ni	10	14	

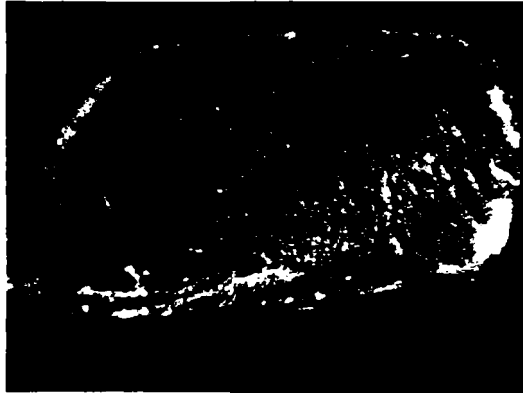
În figura 5.42 se prezintă aspectul microscopic al zonelor cu defecte, precum și aspectul suprafeței de rupere pentru implantul 7, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius.



a) gaură șurub, MO 8x



b) gaură șurub, detaliu zonă corodată, MO 16x



c) suprafața de rupere 1, MO 16x



d) suprafața de rupere 2, MO 16x

**Figura 5.42** Aspectul macroscopic al zonelor cu defecte ale implantului 7, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

Microstructurile implantului 7, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, din diferite zone, după pregătirea metalografică și atacul chimic, se prezintă în figura 5.43.



a) MO 100x



b) MO 500x

**Figura 5.43** Microstructurile specifice implantului 7, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius



Ruperea sa produs ca urmare a coroziunii prin oboseală simultan în cele două zone din figura 5.42 c, respectiv 5.42 d.

### **Implant 8: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius**

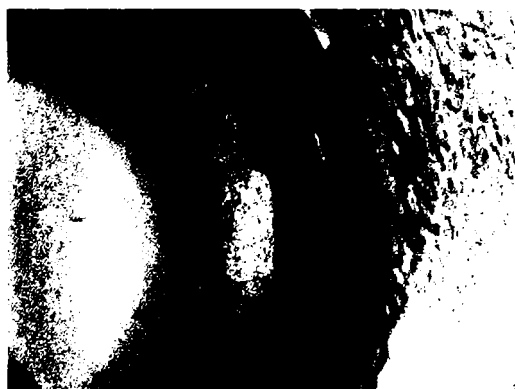
În tabelul 5.18 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 8, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, iar în tabelul 5.17 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează (AISI 316L).

**Tabelul 5.18** Compoziția chimică a materialului implantului 8, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

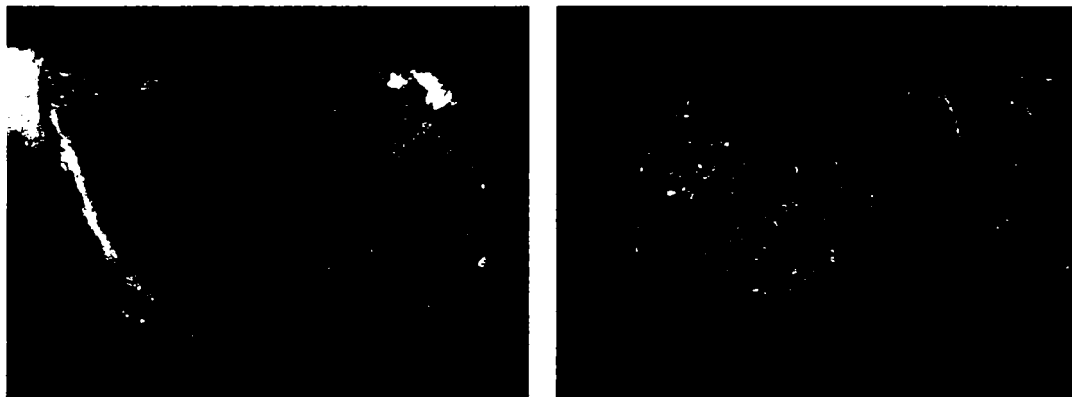
<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	67.44	67.92	67.87	67.67	67.73	0.2192
C	0.0154	0.0392	0.0240	0.0292	0.0270	0.0100
Si	0.4341	0.4178	0.4332	0.4472	0.4330	0.0120
Mn	1.267	1.251	1.263	1.279	1.265	0.0113
P	0.0270	0.0252	0.0254	0.0273	0.0262	0.0011
S	0.0054	0.0053	<0.004	0.0065	0.0055	0.0007
Cr	17.10	16.69	16.91	17.08	16.95	0.1908
Ni	11.46	11.40	11.01	10.95	11.20	0.2609
Mo	1.847	1.847	2.052	2.098	1.961	0.1328
Cu	0.1335	0.1350	0.1291	0.1327	0.1326	0.0025
Ti	0.0260	0.0252	0.0259	0.0272	0.0261	0.0009
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	0.1421	0.1408	0.1541	0.1537	0.1477	0.0072

Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316L**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.17. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

În figura 5.44 se prezintă aspectul microscopic al zonelor cu defecte, precum și aspectul suprafeței de rupere pentru implantul 8, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius.



a) gaură șurub, MO 16x

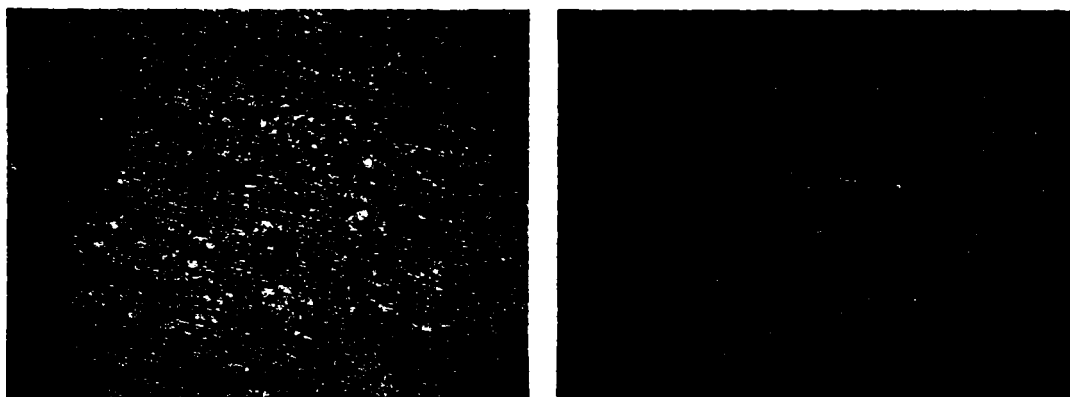


b) suprafața de rupere 1, MO 16x

c) suprafața de rupere 2, MO 16x

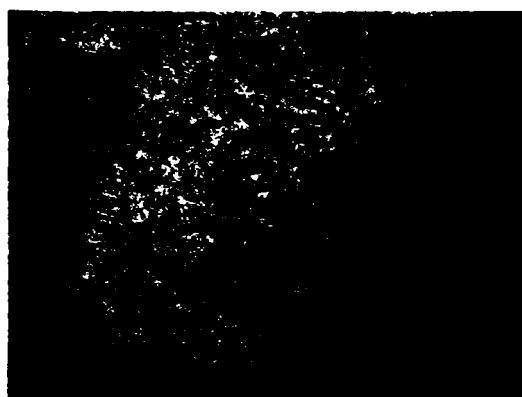
**Figura 5.44** Aspectul macroscopic al zonelor cu defecte ale implantului 8, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

Microstructurile implantului 8, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, din diferite zone, după pregătirea metalografică și atacul chimic, se prezintă în figura 5.45.



a) MO 100x

b) MO 500x



c) zonă deformată în suprafața găurii de șurub, MO 500x

**Figura 5.45** Microstructurile specifice implantului 8, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

Montarea incorectă a plăcuței a condus la realizarea unor deformări plastice în zona găurilor de șurub, care au favorizat coroziunea localizată și ruperea prin oboseală.

### **Implant 9: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius**

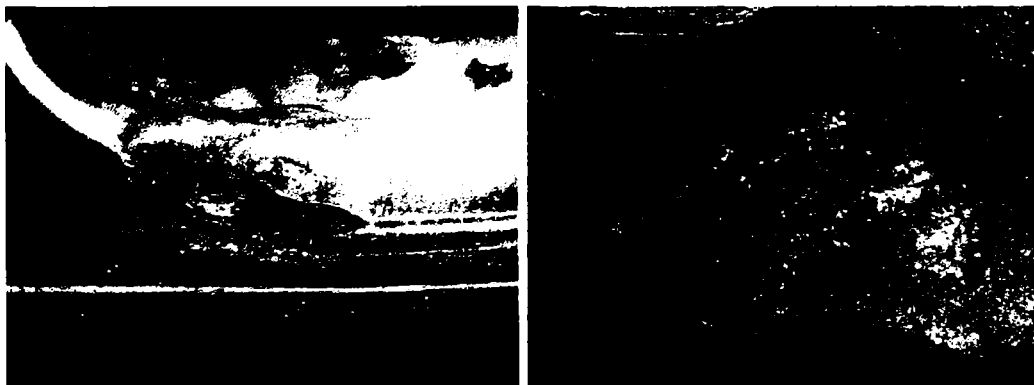
În tabelul 5.19 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 9, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, iar în tabelul 5.17 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează (AISI 316L).

**Tabelul 5.19** Compoziția chimică a materialului implantului 9

<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	63.58	63.26	63.17	63.35	63.34	0.1742
C	0.0195	0.0157	0.0279	0.0186	0.0204	0.0053
Si	0.2135	0.2053	0.2148	0.2128	0.2116	0.0043
Mn	1.576	1.579	1.594	1.591	1.585	0.0085
P	0.0220	0.0241	0.0232	0.0237	0.0233	0.0009
S	0.0057	0.0056	0.0055	0.0052	0.0055	0.0002
Cr	17.56	17.64	17.78	17.75	17.68	0.0989
Ni	13.86	14.42	13.94	13.95	14.04	0.2540
Mo	2.737	2.432	2.816	2.663	2.662	0.1656
Cu	0.1122	0.1146	0.1125	0.1131	0.1131	0.0011
Ti	<0.006	<0.006	<0.006	<0.006	<0.006	0.0003
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0000
Co	0.2041	0.1947	0.2116	0.2145	0.2063	0.0089

Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316L**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.17. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

În figura 5.46 se prezintă aspectul microscopic al zonelor cu defecte, precum și aspectul suprafeței de rupere pentru implantul 9, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius.



a) gaură șurub, MO 12,5x

b) detaliu gaură șurub, MO 50x



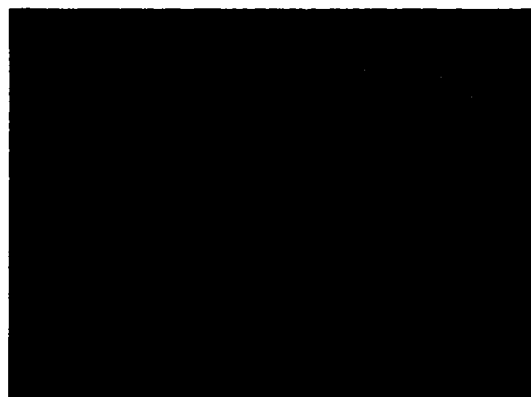
c) suprafață de rupere, MO 12,5x

**Figura 5.46** Aspectul macroscopic al zonelor cu defecte ale implantului 9, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

Microstructurile implantului 9, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, din diferite zone, după pregătirea metalografică și atacul chimic, se prezintă în figura 5.47.



a) MO 100x



b) MO 200x



c) MO 500x

**Figura 5.47** Microstructurile specifice implantului 9, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

Ruperea s-a produs prin oboseală pornind de la amorsa provocată de corodarea plăcuței. Această corodare accentuată se explică prin acțiunea mecanică asupra plăcuței în timpul fixării.

### **Implant 10: plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius**

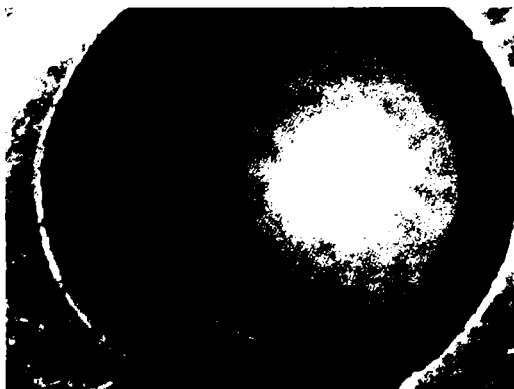
În tabelul 5.20 se prezintă compoziția chimică determinată experimental pentru implantul 10, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius, iar în tabelul 5.17 compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează (AISI 316L).

**Tabelul 5.20** Compoziția chimică a materialului implantului 10, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

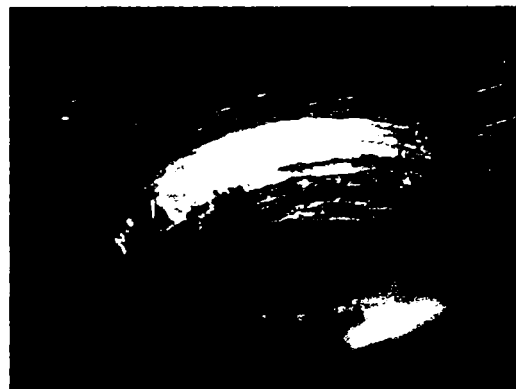
<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	67.29	67.55	67.47	67.19	67.38	0.1648
C	0.0203	0.0232	0.0431	0.0289	0.0289	0.0101
Si	0.4325	0.4395	0.4480	0.4493	0.4423	0.0079
Mn	1.271	1.294	1.286	1.295	1.287	0.0111
P	0.0262	0.0285	0.0218	0.0281	0.0262	0.0031
S	<0.004	0.0056	0.0062	0.0056	0.0055	0.0006
Cr	17.19	17.27	17.24	17.35	17.27	0.0671
Ni	11.37	10.89	11.11	11.00	11.09	0.2044
Mo	1.992	2.079	1.968	2.240	2.070	0.1230
Cu	0.1388	0.1341	0.1372	0.1374	0.1369	0.0020
Ti	0.0259	0.0279	0.0271	0.0295	0.0276	0.0015
Nb	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	<0.000	0.0001
Co	0.1332	0.1497	0.1332	0.1381	0.1386	0.0078

Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316L**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.17. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

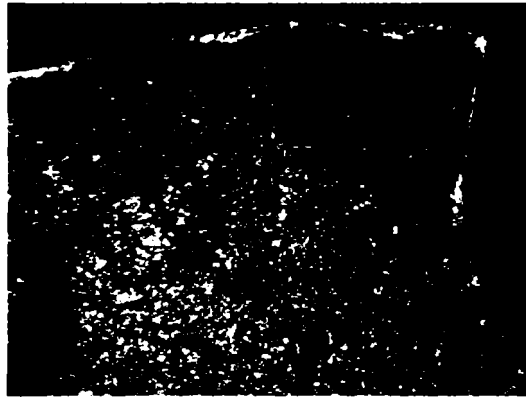
În figura 5.48 se prezintă aspectul microscopic al zonelor cu defecte, precum și aspectul suprafeței de rupere.



a) gaură șurub, MO 8x



b) detaliu gaură șurub, MO 16x



c) suprafață de rupere, MO 56x

**Figura 5.48** Aspectul macroscopic al zonelor cu defecte ale implantului 10, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

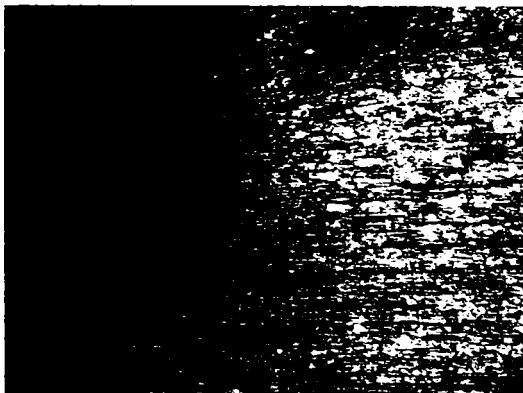
Microstructurile implantului 10, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius din diferite zone, după pregătirea metalografică și atacul chimic, se prezintă în figura 5.49.



a) MO 100x



b) MO 500x



c) zonă deformată în gaură, MO 100x



d) zonă deformată în suprafața găurii, MO 500x

**Figura 5.49** Microstructurile specifice implantului 10, plăcuță de osteosinteză pentru fractură de radius

Ruperea s-a produs prin oboseală, fiind amorșată de efectele produse de instrumentele de fixare.

### **Implant 11: plăca de osteosinteză pentru fractură de claviculă**

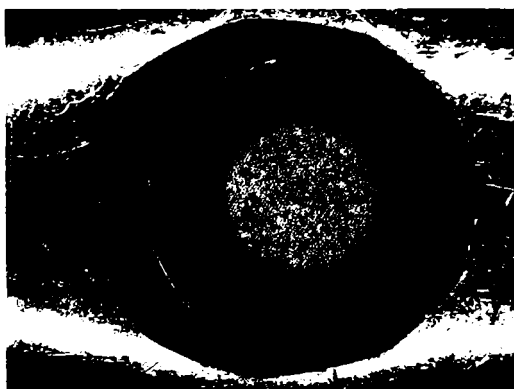
Compoziția chimică determinată experimental pentru plăca de osteosinteză pentru fractură de claviculă se prezintă în tabelul 5.21, iar tabelul 5.7 cuprinde compoziția chimică echivalentă, corespunzătoare standardelor ASTM în care se încadrează (AISI 316).

**Tabelul 5.21** Compoziția chimică a materialului plăcii de osteosinteză pentru fractură de claviculă

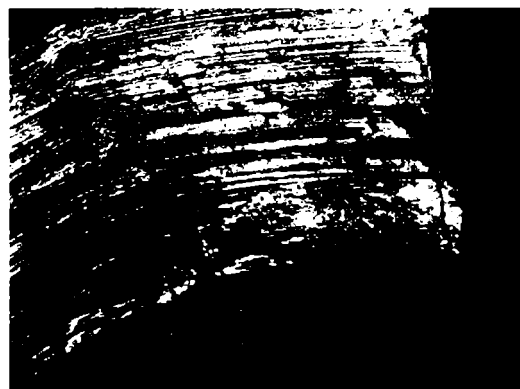
<b>Elementul</b>	<b>Încercarea 1, %</b>	<b>Încercarea 2, %</b>	<b>Încercarea 3, %</b>	<b>Încercarea 4, %</b>	<b>Media, %</b>	<b>Abaterea standard, %</b>
Fe	63.51	63.74	63.88	63.39	63.63	0.2232
C	0.0216	0.0250	0.0547	0.0355	0.0342	0.0149
Si	0.3498	0.3523	0.3526	0.3357	0.3476	0.0080
Mn	1.647	1.612	1.638	1.670	1.642	0.0241
P	0.0217	0.0208	0.0212	0.0198	0.0209	0.0008
S	<0.004	0.0052	0.0062	0.0060	0.0055	0.0007
Cr	17.95	17.71	17.73	18.04	17.86	0.1603
Ni	13.71	14.08	13.84	13.76	13.85	0.1632
Mo	2.364	2.033	2.055	2.328	2.195	0.1750
Cu	0.1373	0.1476	0.1578	0.1443	0.1468	0.0085
Ti	<0.008	<0.006	<0.007	<0.008	<0.007	0.0008
Nb	<0.006	<0.000	<0.000	<0.005	<0.002	0.0034
Co	0.1669	0.1599	0.1566	0.1607	0.1610	0.0043

Compoziția chimică a acestui aliaj se încadrează în compoziția chimică a oțelului inoxidabil austenitic **AISI 316**, conform ASTM A 240-00, *Heat-resisting Cr and Cr-Ni stainless steel plate, sheet and strip for pressure vessels*, ASTM A 270-98 *Seamless and welded austenitic stainless steel sanitary tubing*, ASTM A 276-98 *Stainless and heat-resisting steel bars and shapes*, prezentată în tabelul 5.7. Compoziția chimică a oțelului se încadrează în limitele specificate în standardul SR ISO 5832-1: 1999 [277].

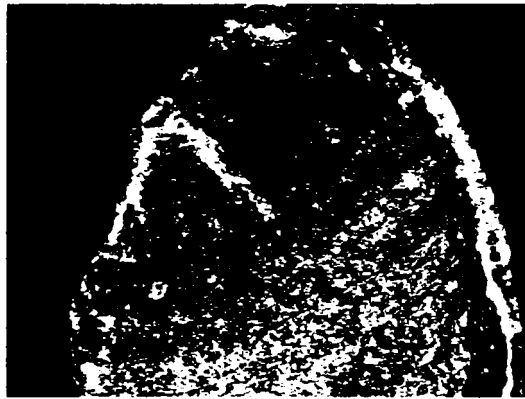
În figura 5.50 se prezintă aspectul microscopic al zonelor cu defecte, precum și aspectul suprafeței de rupere.



a) gaură șurub, MO 8x



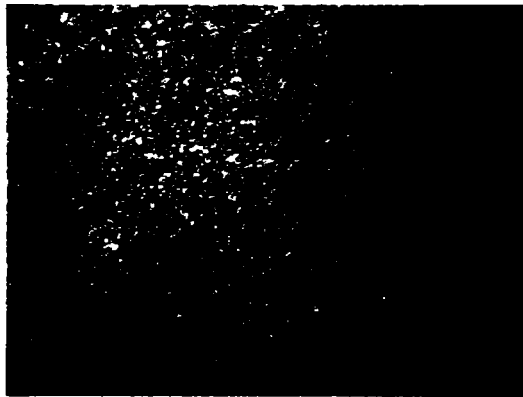
b) detaliu gaură șurub, MO 25x



c) suprafață de rupere, MO 32x

**Figura 5.50** Aspectul macroscopic al zonelor cu defecte a plăcii

Microstructurile plăcuței de osteosinteză pentru fractură de claviculă din diferite zone, după pregătirea metalografică și atacul chimic, se prezintă în figura 5.51.



a) zonă deformată, MO 100x



b) zonă deformată, MO 200x



c) miez, MO 200x

**Figura 5.51** Microstructurile specifice implantului 11

Placa a fost puternic deteriorată la montarea șuruburilor, ceea ce a condus la formarea unor amorse pentru ruperea prin oboseală.

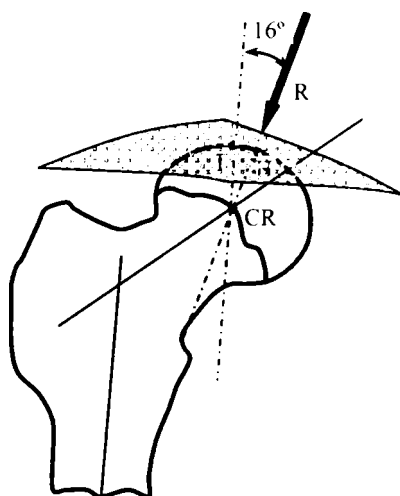


### 5.3 Aplicarea metodei elementului finit la studiul stării de tensiuni și deformații din femur

Rolul aplicării metodei elementului finit în studiul stării de tensiuni și deformații dintr-un os fracturat constă în determinarea comportamentului osului respectiv în timpul utilizării implantelor pentru vindecarea fracturilor.

Stabilirea încărcărilor se face pentru mișcările din timpul mersului, care sunt o succesiune de momente de sprijin unipodal, alternative, în care apar o serie de oscilații ale centrului de greutate al corpului, ceea ce face ca direcția și planele în care acționează diferitele forțe să se modifice. Analiza forțelor ce acționează asupra șoldului în timpul mersului presupune descompunerea mișcărilor și analiza efectului forțelor după cele trei axe carteziane.

Rezultanta  $R$  a forțelor  $G$  și  $F_m$  trecând prin centrul capului femural își schimbă direcția în timpul mersului, datorită deplasării centrului de greutate al corpului. Dacă în figura 5.52, rezultanta este îndreptată în jos și spre exterior, făcând un unghi de  $16^\circ$  cu verticala, într-o fază inițială are o înclinație anterioară, iar ulterior o înclinație posterioară, pe lângă cea externă [41], [94], [123].



**Figura 5.52** Rezultanta forțelor ce acționează în capul femural

Articulația șoldului este comparată cu o emisferă cu centrul CR, acoperită de o suprafață ușor concavă, tangentă la emisferă și în contact cu aceasta în punctul T (figura 5.52). Prin această suprafață pot fi trecute cele trei axe carteziane (Y în planul frontal, X în planul sagital și Z în planul vertical) [41].

În timpul mersului centrul de greutate își schimbă poziția în fiecare moment, prin oscilații laterale în planul frontal și oscilații verticale în planul sagital. În figura 5.52 rezultanta  $R$  are o înclinare de  $16^\circ$  în plan frontal și de  $30^\circ$  în plan sagital, având o direcție antero-infero-externă. Centrul de greutate se găsește superior interior și posterior față de centrul capului femural. Componenta orizontală  $Q$  a reacțiunii  $R_1$  are o direcție postero-interioară [41], [102].

### 5.3.1 Modelarea numerică a osteosintezei fracturilor femurale

În vederea efectuării calculului de rezistență al unei structuri se elaborează un model de calcul. Acest lucru este posibil numai după ce s-au analizat condițiile generale și de principiu privind performanțele ansamblului, materialul, durata de viață, condițiile de lucru, etc.

Etapele de elaborare a unui model de calcul sunt următoarele [41], [68], [94], [99]:

**1. Stabilirea nivelului la care se face modelarea.** Pentru o anumită fază a proiectării, modelarea se poate face la nivelul întregii structuri, la nivelul substructurilor (ansamble) sau al componentelor acestora (elemente). Extragerea unor substructuri din structura inițială se poate face în etape ulterioare pentru un studiu amănunțit al unor zone de importanță mai mare ale structurii.

**2. Alegerea metodei de calcul.** Structura care se calculează trebuie să satisfacă cerințele de funcționalitate, siguranță și economicitate. Metodele deterministe de calcul iau în considerare o siguranță absolută, care acoperă toate incertitudinile printr-un coeficient de siguranță, iar metodele moderne de calcul țin seama de caracterul aleator al parametrilor care intervin în ansamblul structurii.

**3. Modelarea geometriei structurii** constă în aproximarea structurii reale printr-un sistem echivalent de corpuri, suprafețe, etc. Modelul trebuie să reproducă cât mai fidel dimensiunile, rigiditățile și deplasările impuse structurii.

**4. Determinarea sarcinilor sau încărcărilor** și a caracterului acestora se face prin determinări experimentale sau prin calcule, pe baza datelor și parametrilor de exploatare cunoscuți sau impuși. Cunoașterea completă a sarcinilor presupune evidențierea următoarelor aspecte:

- cunoașterea modului de variație în timp;
- regimul de exploatare;
- analiza cazurilor de încărcare cu precizarea celor mai dezavantajoase situații.

**5. Schematizarea distribuției sarcinilor sau schematizarea încărcării.** Solicitarea structurii poate fi produsă de un sistem de sarcini masice, cum sunt greutatea, forțele de inerție, sarcinile de suprafață, care sunt transmise structurii prin intermediul ansamblelor cu care interacționează.

Deformabilitatea reprezintă o caracteristică a tuturor structurilor de rezistență. Din acest punct de vedere se poate afirma că, deformarea structurilor de rezistență conduce, în mod inevitabil, la o altă lege de distribuție a sarcinilor, care este diferită de distribuția teoretică acceptată. În foarte multe situații însă, întrucât determinarea distribuției reale a sarcinilor este foarte dificil de realizat, se apelează la schematizări, ceea ce înseamnă implicit acceptarea unor ipoteze simplificatoare, care conservă esența încărcării reale, dar care prezintă marele avantaj că simplifică considerabil volumul și dificultatea calculelor ulterioare.

Alegerea celei mai potrivite variante de calcul reprezintă, în final, o chestiune de experiență și ingeniozitate. Modelul de calcul trebuie să urmărească soluția constructivă. Pentru soluțiile constructive similare există mai multe variante de modele ce conduc la rezultate diferite. Când există îndoieli în privința modelului de calcul se va adopta acea schematizare care conduce la un calcul acoperitor.

**6. Alegerea metodei de calcul** trebuie făcută în strictă dependență cu modelul de calcul căruia urmează să i se aplice. Un calcul oricât de exact nu poate compensa o modelare grosieră, dar nici o modelare exactă, nu poate compensa un calcul aproximativ. Eficiența calculului crește considerabil prin armonizarea metodei de calcul cu cea a modelării.

**7. Definitivarea soluției și perfecționarea modelului** se poate face numai în măsura în care s-a trecut la interpretarea primelor rezultate obținute din calcule. Perfecționarea modelului se poate îmbunătăți prin continuarea procesului „iterativ” astfel început.

**8. Interpretarea și prelucrarea datelor finale** reprezintă o etapă tot atât de laborioasă în multe cazuri ca și crearea și elaborarea modelului de calcul în sine. Prezentarea rezultatelor sub forma unor liste de valori reprezintă o etapă necesară, dar nu și suficientă pentru desprinderea unor concluzii privitoare la fenomenul studiat. Trebuie remarcat faptul că utilizarea unor calculatoare tot mai performante conduce la obținerea de multe ori a unui volum impresionant de date de ieșire. Se impune astfel elaborarea și utilizarea unor programe de calcul specializate în post procesarea datelor de ieșire.

Este cunoscut faptul că metoda analizei cu elemente finite (FEA – Finite Element Analysis) a devenit un instrument de lucru cu o largă utilizare în toate domeniile ingineresti. Principalul avantaj al acestei metode este acela de a fi înlăturat bariera legată de nivelul de complexitate al problemei studiate. Pot fi studiate sub aspect teoretic probleme oricât de complexe, cu luarea în considerație atât a fenomenelor liniare, cât și a celor neliniare.

Utilizarea tehnicii modelării ca metodă de cercetare în investigarea organismului uman s-a dovedit deosebit de fructuoasă. Se poate spune că progrese notabile în medicină nu s-au obținut decât atunci când organismul nu a mai fost privit ca un tot indivizibil, ci o suprapunere de mai multe sisteme, aparate, organe, funcții etc., care sunt bine delimitate fizic și funcțional, fiind interconectate complex, după legi bine determinate. În acest mod s-au diferențiat aparatul locomotor, sistemul osteo-articular, sistemul muscular, sistemul nervos, aparatul digestiv, aparatul circulator, etc. La rândul său, fiecare sistem poate fi privit din punct de vedere anatomic sau fiziologic, în condiții normale sau patologice. De fapt, fiecare sistem, aparat sau organ este un model mai mult sau mai puțin complet al realității.

Cercetarea sistemului osteo-articular al organismului uman sub aspect mecanic se poate face cu succes utilizând metodele ingineresti clasice și moderne, de calcul și experimentale. Astfel, sistemul osteo-articular poate fi privit de către inginer ca fiind o structură spațială deformabilă, având o complexitate apreciabilă în ceea ce privește geometria, proprietățile elastice și sarcinile.

În vederea elaborării unui model eficient, în orice problemă de biomecanică trebuie, ca pe baza analizei datelor cunoscute în legătură cu fenomenul care interesează, precum și în funcție de scopul urmărit, să se facă o sinteză a modelului, care să țină seama de următoarele aspecte: dacă modelul este static, cinematic sau dinamic, adică dacă interesează solicitările, eforturile, tensiunile, deformațiile, deplasările sub diverse sarcini statice sau dinamice, sau legile de mișcare ale diverselor componente, în diverse situații, ca de exemplu: mers, alergare, săritură, etc.

Geometria modelului poate fi plană sau spațială. Modelul poate fi realizat la scară în toate detaliile sau poate fi distorsionat, adică unele detalii sau dimensiuni pot fi executate la altă scară decât restul modelului.

Materialul din care este realizat modelul poate fi natural, caz în care se utilizează un preparat anatomic, poate fi o masă plastică, un material metalic sau combinații ale acestora.

Rezemarea și încărcarea modelului trebuie realizate în condiții cât mai apropiate de cele reale, pentru situația studiată.

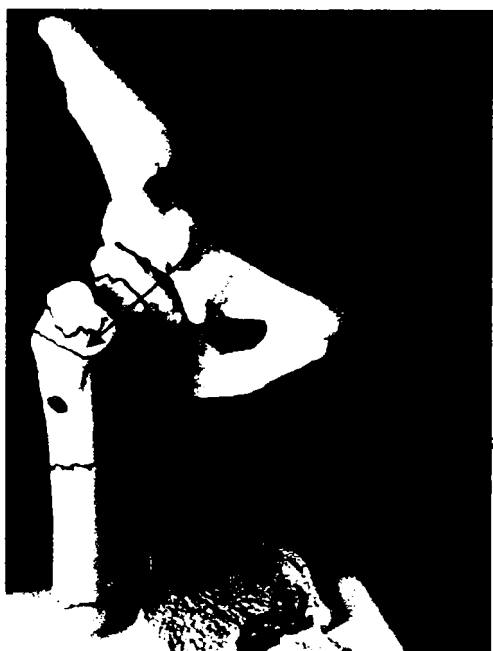
Deși modelarea în biomecanica sistemului osteo-articular se supune aceluiași legi și principii generale care se utilizează în inginerie, trebuie avut în

vedere că există și unele deosebiri care limitează posibilitățile acestei metode de cercetare. Astfel, în biomecanică, rareori și numai într-o mică măsură se pot verifica rezultatele obținute prin studiul unui model cu cele obținute pe sistemul original, care este organismul uman. O suplinire a acestui inconvenient se poate face prin efectuarea de studii comparative, pe diverse variante de modelare a fenomenului real [32], [41], [94]. Deși fiecare model este obținut prin simplificarea fenomenului original, diversele variante sunt comparabile între ele și se poate determina care variantă modelează mai bine problema investigată.

Sistemul osteo-articular uman poate fi privit ca un sistem mecanic original sau prototip, al cărui model este tot un sistem mecanic, care urmează să fie investigat prin calcul sau experimental [41], [94], [117].

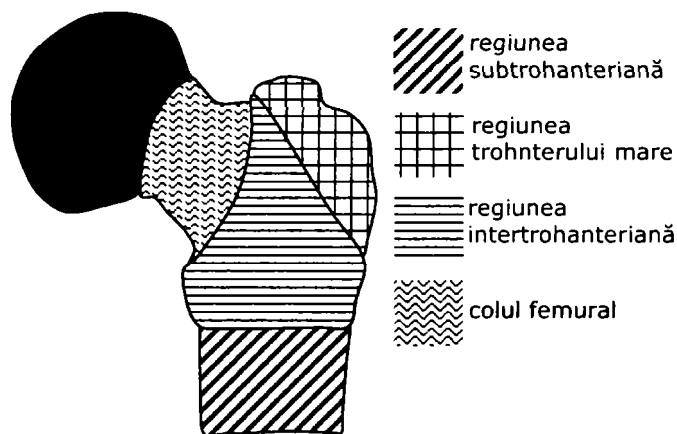
### 5.3.2 Analiza experimentală cu elemente finite a implantelor pentru rezolvarea fracturilor de femur

În terapeuica fracturilor de femur se utilizează montaje de osteosinteză cu implante metalice de diverse tipuri. Se prezintă unele cercetări experimentale și prin calcul pentru determinarea stărilor de tensiuni din modele ale femurului fracturat în zona trohanteriană și în regiunea diafizei (figura 5.53), fixat cu implante metalice de osteosinteză din oțel inoxidabil AISI 316Ti și AISI 316 cu aproximativ aceleași proprietăți. Din analiza acestor montaje se pot pune în evidență unele aspecte ale comportării sub sarcină a structurii os-implante metalice, precum și a conlucrării acestora.



**Figura 5.53** Tipurile de fracturi studiate

Principalele zonele ale capului femural [125] sunt prezentate în figura 5.54, ele având proprietăți diferite, fiind constituite din tipuri diferite de țesut osos. În unele analize, s-a luat în calcul femurul cu proprietăți diferite în zona superioară.

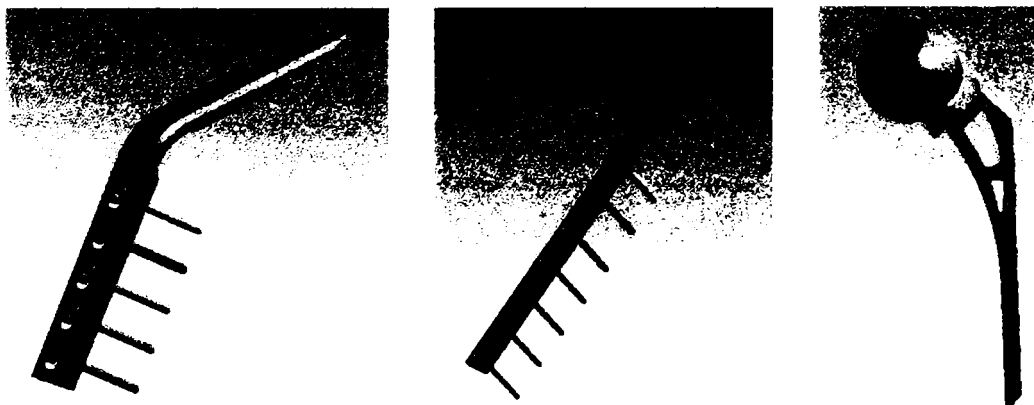


**Figura 5.54** Zonele cu țesut osos cu proprietăți diferite din zona superioară a femurului

Având în vedere incidența în practică a acestor două tipuri de fracturi, s-a făcut un studiu cu metoda elementelor finite, în vederea calculului solicitărilor ce apar în membrul protezat și la interfețele ce au dus la avarierea în unele cazuri a implantelor, iar în alte cazuri ale țesutului înconjurător, în cazul solicitărilor ce apar în timpul mersului, pentru fixarea fracturilor cu trei tipuri de implante chirurgicale.

Dispozitivele ce s-au utilizat pentru fixarea fracturilor sunt:

- lamă placă monobloc la 130°, care se fixează pe os cu ajutorul șuruburilor și se plasează pe suprafața exterioară a femurului (figura 5.55 a);
- placă cu șuruburi cu 11 găuri, care se fixează pe os cu ajutorul șuruburilor și se plasează pe suprafața exterioară a femurului (figura 5.55 b);
- implant de șold, fixat în canalul femural (figura 5.55 c).



a) lamă placă monobloc la 130° b) placă cu șuruburi cu 11 găuri c) implant de șold

**Figura 5.55** Implantele analizate

Proprietățile materialelor alese pentru implantele supuse analizei cu elemente finite sunt prezentate în tabelul 5.22, în tabelul 5.23 prezentându-se proprietățile osului cortical.

**Tabelul 5.22** Proprietățile oțelului inoxidabil AISI 316, AISI 316Ti

<i>Nr. crt.</i>	<i>Proprietate</i>	<i>Valoare</i>
1	Modulul de elasticitate	$1,96 \times 10^{11}$ Pa
2	Raportul lui Poisson	0,39

<i>Nr. crt.</i>	<i>Proprietate</i>	<i>Valoare</i>
3	Densitatea	7900 kg/m <sup>3</sup>
4	Limita de curgere la tracțiune	2.00×10 <sup>8</sup> Pa
5	Rezistența de rupere la tracțiune	5.50×10 <sup>8</sup> Pa

**Tabelul 5.23** Proprietățile osului cortical

<i>Nr. crt.</i>	<i>Proprietate</i>	<i>Valoare</i>
1	Modulul de elasticitate	1,37×10 <sup>10</sup> Pa
2	Raportul lui Poisson	0.3
3	Densitatea	1,7 g/cm <sup>3</sup>
4	Limita de curgere la tracțiune	1,2×10 <sup>8</sup> Pa
5	Rezistența de rupere la tracțiune	0,9×10 <sup>8</sup> Pa

În tabelul 5.24 se prezintă proprietățile luate în considerare pentru osul spongios, iar în tabelul 5.25 proprietățile luate în considerare pentru măduva osoasă.

**Tabelul 5.24** Proprietățile osului spongios

<i>Nr. crt.</i>	<i>Proprietate</i>	<i>Valoare</i>
1	Modulul de elasticitate	3.89×10 <sup>8</sup> Pa
2	Raportul lui Poisson	0.28
3	Densitatea	500 kg/m <sup>3</sup>
4	Limita de curgere la tracțiune	7.36×10 <sup>6</sup> Pa

**Tabelul 5.25** Proprietățile măduvei osoase

<i>Nr. crt.</i>	<i>Proprietate</i>	<i>Valoare</i>
1	Modulul de elasticitate	1,1×10 <sup>9</sup> Pa
2	Raportul lui Poisson	0.42
3	Densitatea	950 kg/m <sup>3</sup>
4	Limita de curgere la tracțiune	2,5×10 <sup>7</sup> Pa
5	Limita de curgere la compresiune	3,3×10 <sup>7</sup> Pa

Valorile pentru care s-au făcut analizele sunt cele care apar:

**1. în timpul mersului**, rezultanta forțelor având valoarea de  $R = (4...4,5) \cdot G$ ; valoarea forțelor fiind considerată astfel:

**A.** în cazul tijei de șold prin vector de mărime: 2127 N;

**B.** în cazul implantului trohanterian:  $x = -1060,13$  N;  $y = 0$ ;  $z = 2913,1$  N, cu o rezultantă de 3100 N;

**2. repaus + sprijin unipodal**, rezultanta forțelor în această poziție având valoarea  $R = (2,5...3) \cdot G$ ; distribuția forțelor pe coordonate fiind considerată astfel:

**C.** în cazul plăcii de fixare cu șuruburi:  $x = -800$  N;  $y = 0$ ;  $z = 2300$  N, cu o rezultantă de 2435,16 N

Pentru celelalte solicitări rezultatele analizelor nu au fost concludente. Acestea sunt:

1. **repaus + sprijin bipodal**, reprezentativă fiind rezultanta forțelor ce acționează asupra sistemului implant-os; se notează cu  $R$  și are valoarea

$$R = \frac{1}{3} G, \text{ unde } G \text{ - greutatea medie a unui individ de } 80 \text{ kg, ceea ce înseamnă}$$

că în această poziție coordonatele forțelor au următoarele valori:  $x = 0$ ;  $y = 0$ ;  $z = 260$  N;

2. **în momentul urcării unei scări**, rezultanta forțelor are valoarea de  $R=(6...8) \cdot G$ ; coordonatele forței au următoarele valori:  $x = -2400 \text{ N}$ ;  $y = 0$ ;  $z = 5600 \text{ N}$ .

Prin analiza cu elemente finite a modelelor, utilizând programul Ansys 10, se pot obține informații despre:

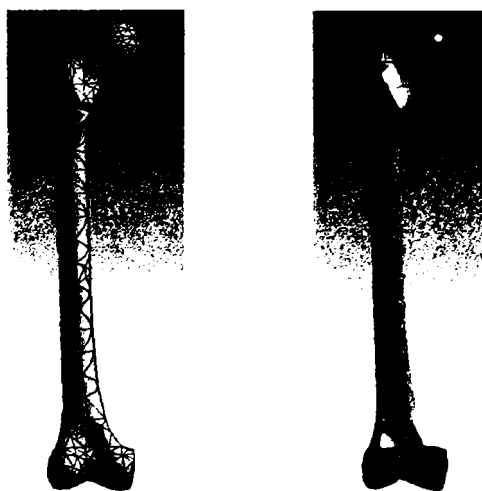
- starea de tensiuni din femurul fracturat;
- starea de eforturi (deformații elastice) din femurul fracturat;
- starea de deformații longitudinale și radiale din femur;
- solicitările din zona de contact dintre os și implant, respectiv din zona de fractură (starea contactului, frecarea din zona de contact, tendința de mișcare, presiunea de contact).

Sub acțiunea forțelor și cuplurilor ce sunt aplicate unui corp solid, în volumul acestuia se produc niște eforturi interioare, corpul solid fiind într-o anumită stare de solicitare. Eforturile interioare au, în general, intensități diferite în puncte diferite ale solidului solicitat. Determinarea eforturilor interioare din diferite puncte ale corpului este unul din scopurile urmărite prin analiza cu elemente finite. Dacă se determină valorile eforturilor interioare, atunci se poate aprecia care sunt cele mai solicitate zone ale solidului și astfel se poate determina dacă solidul va rezista sau nu la solicitările la care este supus de acțiunea forțelor exterioare.

### **A. Rezultatele obținute prin analiza cu elemente finite în programul Ansys 10 pentru implantul de șold**

Modelul luat în considerare în acest caz este cel a unui femur format din os cortical (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.23) și os spongios (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.24), umplut cu măduvă (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.25).

Modelul discretizat se prezintă în figura 5.56 a și reprezintă împărțirea fiecărei componente a ansamblului în elemente discrete, având 25785 de noduri și 14857 de elemente. Modelul cu încărcarea aplicată este prezentat în figura 5.56 b, forța aplicată având valoarea cea mai mare, legăturile dintre componentele ansamblului fiind de tip „bounded”, care înseamnă că nodurile rămân în contact pe parcursul încărcării modelului.

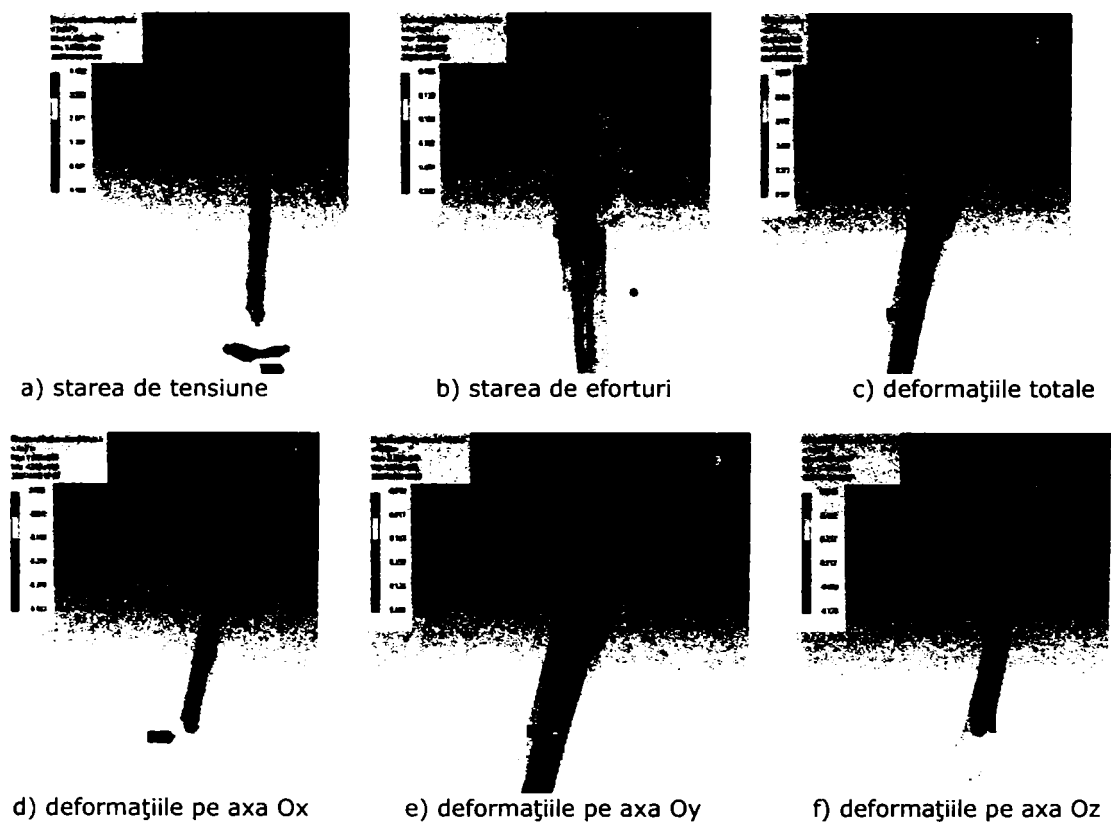


a) modelul discretizat

b) forța aplicată structurii

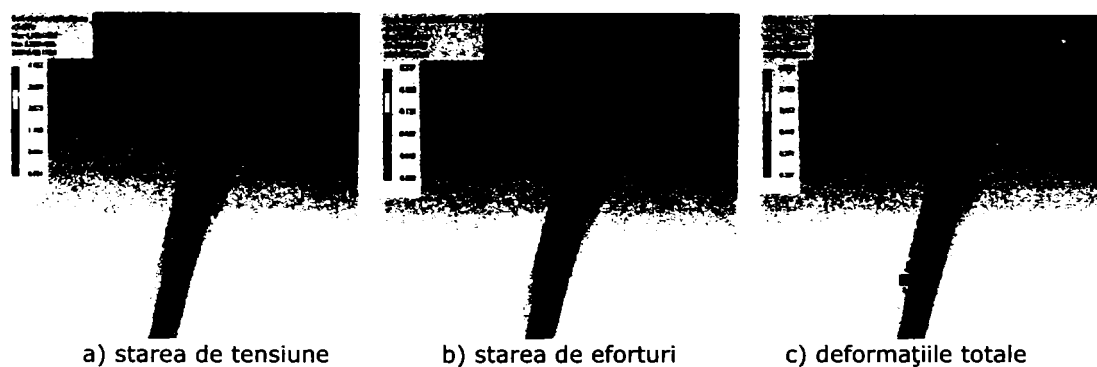
**Figura 5.56** Prezentarea datelor inițiale pentru analiza cu elemente finite

În figura 5.57 se observă tensiunile și deformațiile rezultate în urma analizei cu elemente finite a ansamblului os – implant din oțel inoxidabil AISI 316Ti (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.22) în timpul mersului.

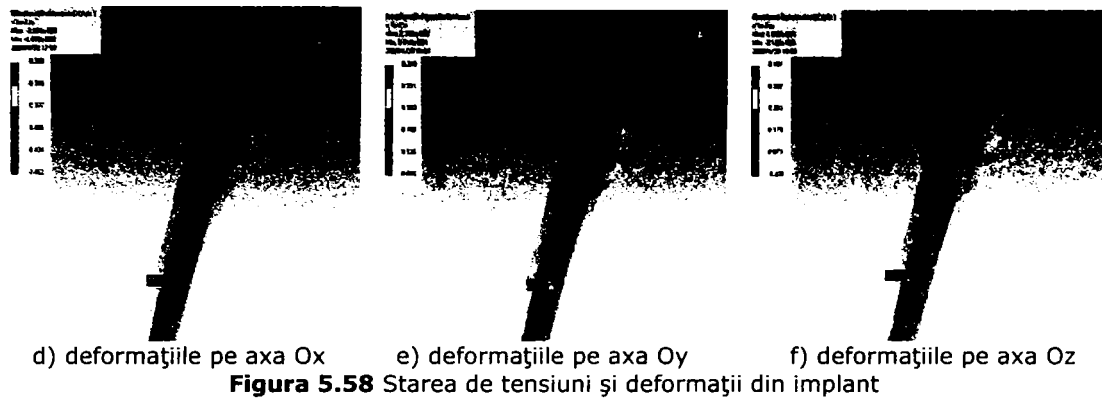


**Figura 5.57** Starea de tensiuni și deformații din ansamblul os-implant

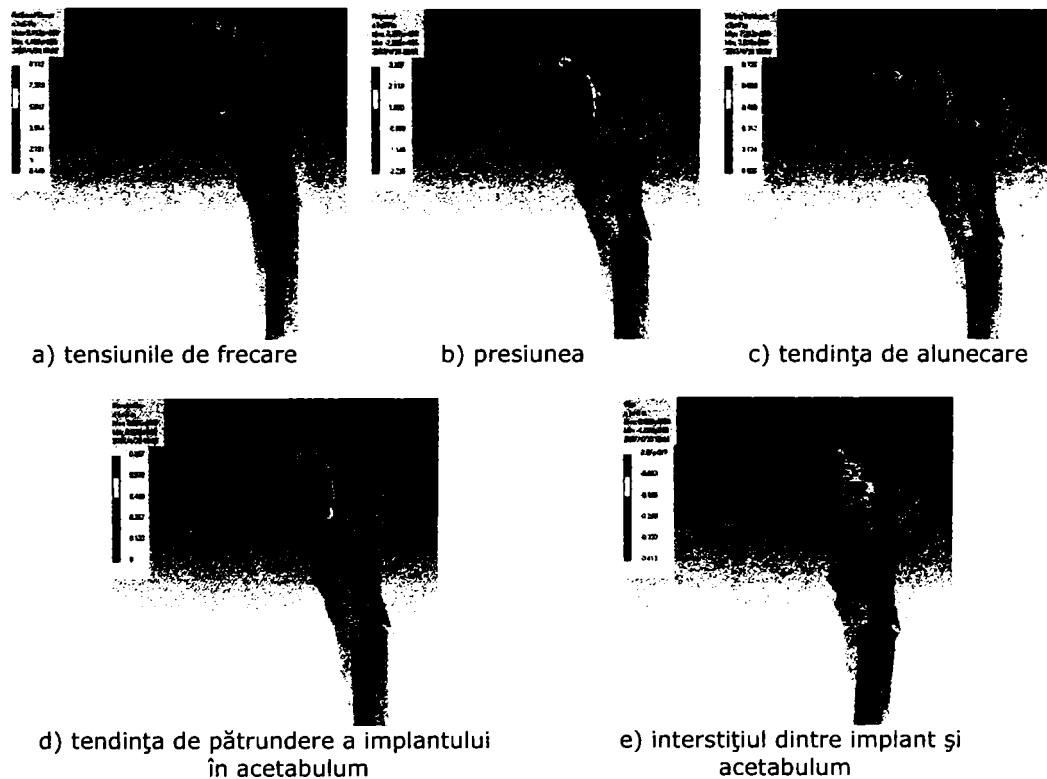
Starea de tensiuni și deformații din implant se prezintă în figura 5.58.







În figura 5.59 se prezintă tensiunile și deformațiile ce au loc la interfața implant – acetabulum.



**Figura 5.59** Starea de tensiuni și deformații la interfața os-acetabulum

Valorile stării de tensiuni și de deformații rezultate în urma analizei pentru ansamblul os – implant și implant se prezintă în tabelul 5.26, iar pentru contactul implant – acetabulum se prezintă în tabelul 5.27.

**Tabelul 5.26** Valorile stării de tensiuni și deformații pentru ansamblul os-implant și implant

<i>Analiza</i>	<i>Rezultanta, N</i>	<i>Tensiunea max. echivalentă, Pa</i>	<i>Starea de eforturi (Deformația elastică) max., m/m</i>	<i>Deformația totală max., m</i>	<i>Deformația max. pe direcția x, m</i>	<i>Deformația max. pe direcția y, m</i>	<i>Deformația max. pe direcția z, m</i>
Ansamblul os- implant	2127	$4,45 \times 10^8$	$1,66 \times 10^{-2}$	$5,22 \times 10^{-3}$	$1,676 \times 10^{-6}$	$2,4079 \times 10^{-3}$	$5,465 \times 10^{-4}$
Implant		$4,4521 \times 10^8$	$2,3068 \times 10^{-3}$	$5,2001 \times 10^{-3}$	$-3,2038 \times 10^{-3}$	$2,3954 \times 10^{-3}$	$4,9095 \times 10^{-4}$

**Tabelul 5.27** Valorile tensiunilor și deformațiilor pentru contactul implant-acetabulum

<i>Analiza</i>	<i>Rezultanta, N</i>	<i>Tensiunea max. de frecare, Pa</i>	<i>Presiunea max., Pa</i>	<i>Tendința max. de alunecare, m</i>	<i>Tendința de pătrundere max., m</i>	<i>Interstițiul implant-os min., m</i>
Contactul implant- acetabulum	2127	$9,1121 \times 10^6$	$3,2075 \times 10^6$	$7,262 \times 10^{-8}$	$6,6658 \times 10^{-9}$	$4,1281 \times 10^{-9}$

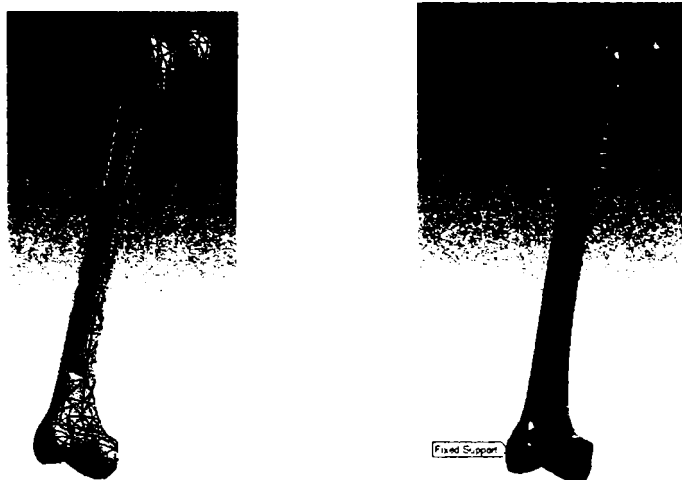
În urma analizei efectuate, se observă că tensiunile și deformațiile sunt maxime în zona contactului implantului cu acetabulumul, fapt care, în timp a putut duce la distrugerea țesutului acestuia, intervenind cotiloidita (caz prezentat în subcapitolul anterior).

Se remarcă faptul că starea de deformații din implant pe direcțiile Ox și Oz sunt maxime în zona inferioară a implantului, ceea ce a poate duce la apariția tensiunilor de frecare maxime din acea zonă, și în timp, prin oboseală ciclică la uzarea implantului. Această stare de deformații se poate generaliza și în cazul ce se regăsește în uzarea tijei de sold din subcapitolul anterior.

### **B. Rezultatele obținute prin analiza cu elemente finite în programul Ansys 10 pentru implantul de fixare a fracturilor intertrohanteriene**

Și în acest caz s-a luat în considerare modelul unui femur format din os cortical (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.23) și os spongios (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.24), umplut cu măduvă (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.25).

Modelul discretizat se prezintă în figura 5.60 a și reprezintă împărțirea fiecărei componente a ansamblului în elemente discrete, având 25785 de noduri și 14857 de elemente. Modelul cu încărcarea aplicată este prezentat în figura 5.60 b, forța aplicată având valoarea cea mai mare, legăturile dintre componentele ansamblului fiind de tip „bounded”, care înseamnă că nodurile rămân în contact pe parcursul încărcării modelului.

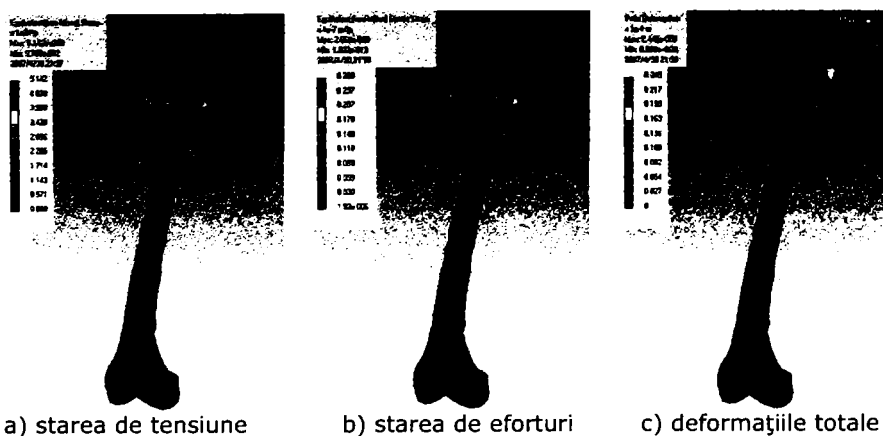


a) modelul discretizat

b) forța aplicată structurii

**Figura 5.60** Prezentarea datelor inițiale pentru analiza cu elemente finite

În figura 5.61 se observă tensiunile și deformațiile rezultate în urma analizei cu elemente finite a ansamblului os – implant din oțel inoxidabil AISI 316Ti (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.22) în timpul mersului.



a) starea de tensiune

b) starea de eforturi

c) deformațiile totale



d) deformațiile pe axa Ox e) deformațiile pe axa Oy f) deformațiile pe axa Oz  
**Figura 5.61** Starea de tensiuni și deformații din ansamblul os-implant

Starea de tensiuni și deformații din implant se prezintă în figura 5.62.

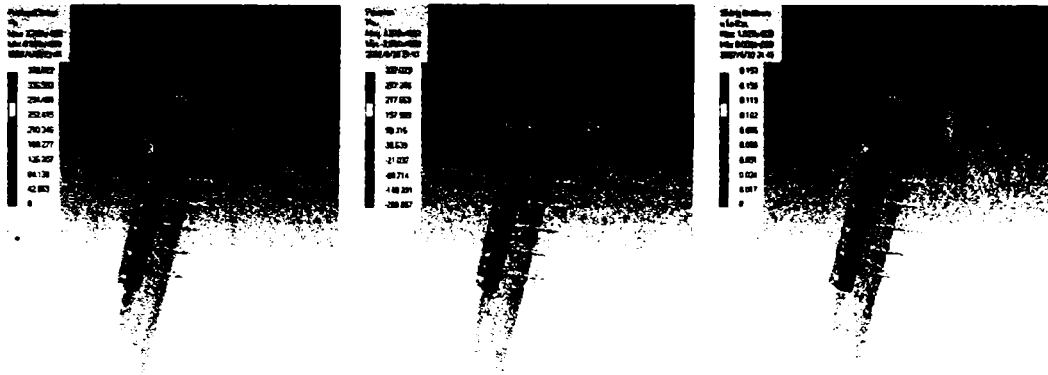


a) starea de tensiune b) starea de eforturi c) deformațiile totale



d) deformațiile pe axa Ox e) deformațiile pe axa Oy f) deformațiile pe axa Oz  
**Figura 5.62** Starea de tensiuni și deformații din implant

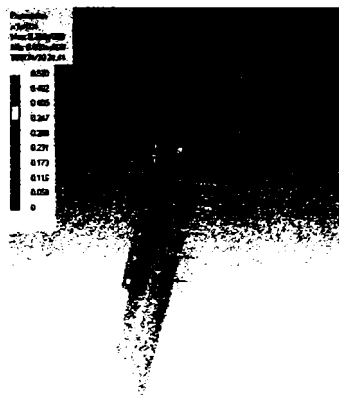
În figura 5.63 se prezintă tensiunile și deformațiile ce au loc la interfața implant – zona superioară a femurului.



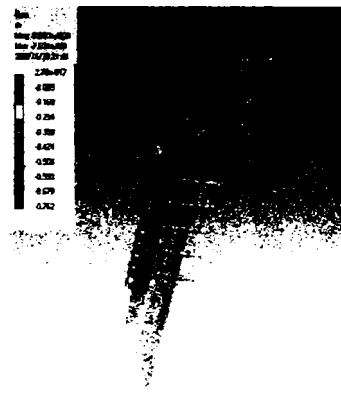
a) tensiunile de frecare

b) presiunea

c) tendința de alunecare



d) tendința de pătrundere a implantului în zona superioară a femurului



e) interstițiul dintre implant și zona superioară a femurului

**Figura 5.63** Starea de tensiuni și deformații la interfața implant – zona superioară a femurului

Valorile stării de tensiuni și deformații rezultate în urma analizei pentru ansamblul os-implant și implant se prezintă în tabelul 5.28, iar pentru contactul implant – zona superioară a femurului se prezintă în tabelul 5.29.

**Tabelul 5.28** Valorile stării de tensiuni și deformații pentru ansamblul os-implant și implant intertrohanterian

Analiza	Rezultanta, N	Tensiunea max. echivalentă, Pa	Starea de eforturi (Deformația elastică) max., m/m	Deformația totală max., m	Deformația max. pe direcția x, m	Deformația max. pe direcția y, m	Deformația max. pe direcția z, m
Ansamblul os- implant	3100	5141,6	$2,664 \times 10^{-8}$	$2,4454 \times 10^{-5}$	$2,3985 \times 10^{-5}$	$2,3069 \times 10^{-6}$	$6,366 \times 10^{-6}$
Implant		5141,6	$2,664 \times 10^{-8}$	$2,3039 \times 10^{-5}$	$2,2608 \times 10^{-5}$	$2,1779 \times 10^{-6}$	$4,4114 \times 10^{-6}$

**Tabelul 5.29** Valorile tensiunilor și deformațiilor pentru contactul implant – zona superioară a femurului

<i>Analiza</i>	<i>Rezultanta, N</i>	<i>Tensiunea max. de frecare, Pa</i>	<i>Presiunea max., Pa</i>	<i>Tendința max. de alunecare, m</i>	<i>Tendința de pătrundere max., m</i>	<i>Interstițiul implant-os min., m</i>
Contactul implant-zona superioară a femurului	3100	378,62	337,02	$1,5273 \times 10^{-9}$	$5,2019 \times 10^{-10}$	-0,76238

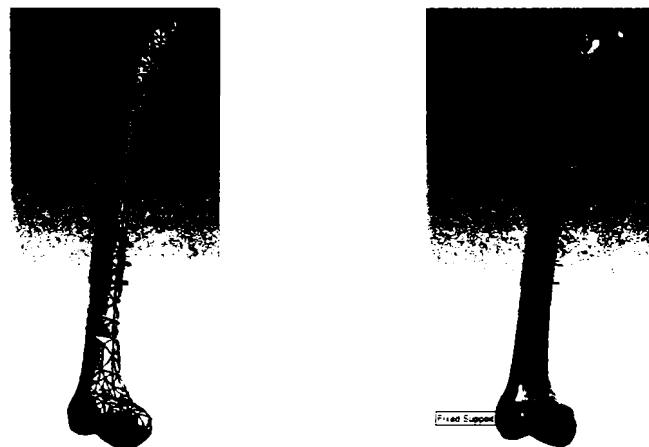
Se remarcă faptul că starea de tensiuni și deformații din implant și din ansamblul os-implant sunt aproximativ aceleași, ceea ce înseamnă că implantul preia sarcinile aplicate asupra femurului în totalitate.

Tensiunea de frecare și tendința de alunecare de la interfața implant – zona superioară a femurului sunt maxime în zona fracturii, ceea ce, datorită solicitărilor ciclice în timp, a putut duce la refracturare în aceeași zonă și ruperea implantului (caz prezentat în subcapitolul anterior).

### **C. Rezultatele obținute prin analiza cu elemente finite în programul Ansys 10 pentru placa de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur.**

Modelul luat în considerare este cel al unui femur format din os cortical (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.23) și os spongios (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.24), umplut cu măduvă (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.25). În zona superioară a femurului s-au considerat module diferite de elasticitate: în zona capului femural s-a considerat os cortical, iar în regiunea trohanteriană os spongios. Modelul discretizat se prezintă în figura 5.64 a și reprezintă împărțirea fiecărei componente a ansamblului în elemente discrete, utile pentru studiul cu elemente finite al programului, având 40416 de noduri și 21820 de elemente.

Modelul cu încărcarea aplicată este prezentat în figura 5.64 b, forța aplicată având valoarea cea mai mare, legăturile dintre componentele ansamblului fiind de tip „bounded”, care înseamnă că nodurile rămân în contact pe parcursul încărcării modelului.

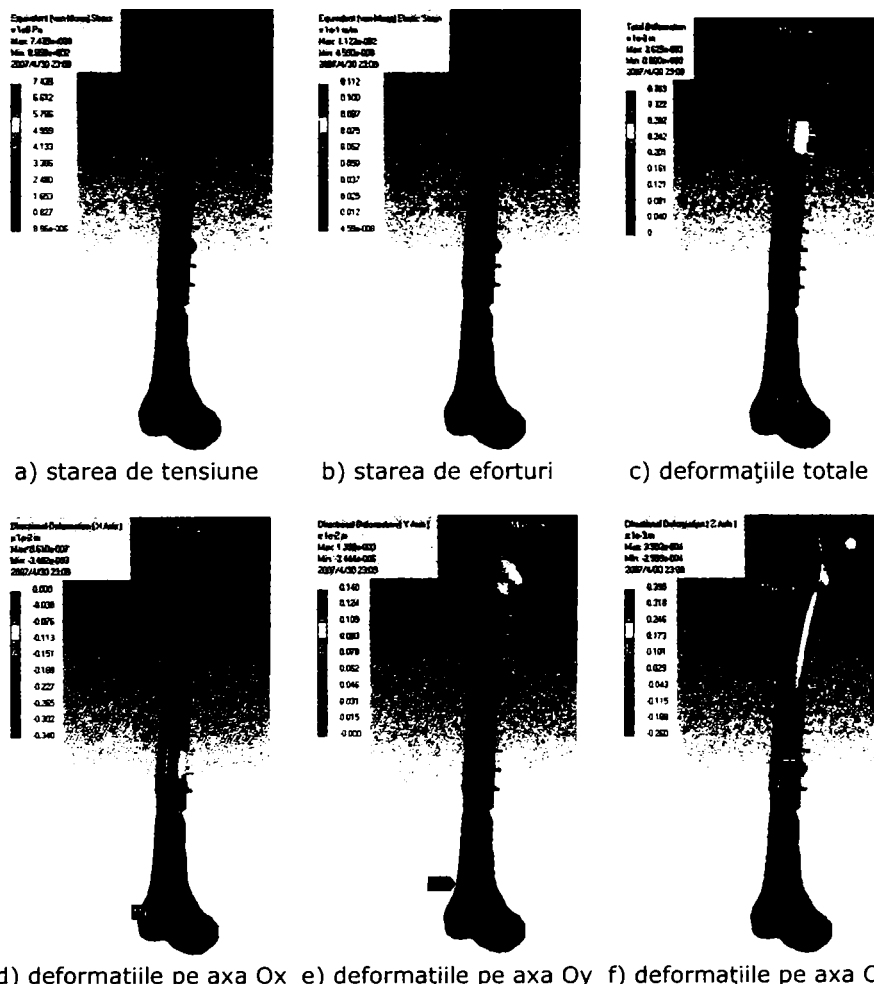


a) modelul discretizat

b) forța aplicată structurii

**Figura 5.64** Prezentarea datelor inițiale pentru analiza cu elemente finite

În figura 5.65 se observă tensiunile și deformațiile rezultate în urma analizei cu elemente finite a ansamblului os – placă cu șuruburi din oțel inoxidabil AISI 316 (proprietățile luate în considerare sunt prezentate în tabelul 5.22) în repaus + sprijin unipodal.



**Figura 5.65** Starea de tensiuni și deformații din ansamblul os – placă cu șuruburi

Starea de tensiuni și deformații din placa de fixare a fracturii se prezintă în figura 5.66.



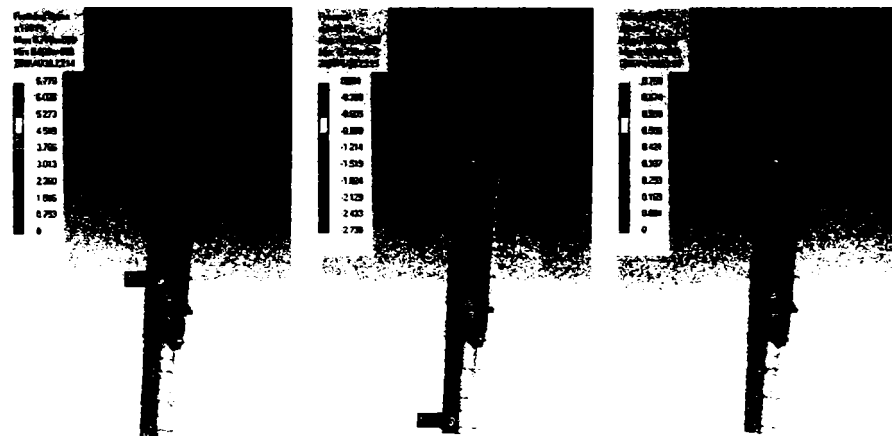
a) starea de tensiune      b) starea de eforturi      c) deformațiile totale



d) deformațiile pe axa Ox      e) deformațiile pe axa Oy      f) deformațiile pe axa Oz

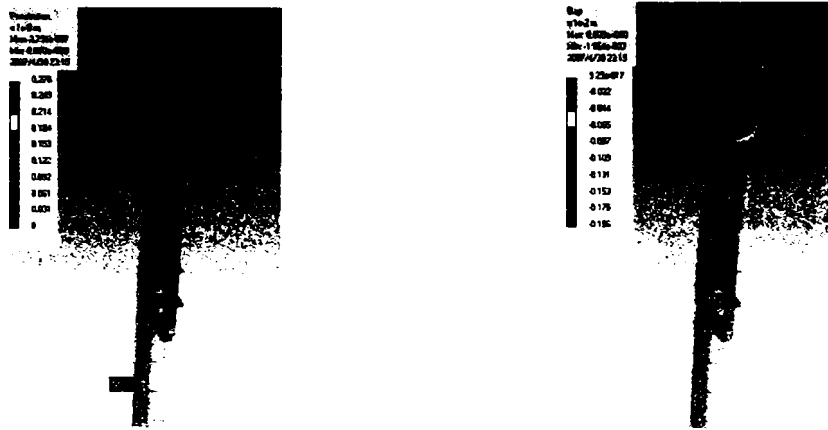
**Figura 5.66** Starea de tensiuni și deformații din placa de osteosinteză pentru fracturi de femur

În figura 5.67 se prezintă tensiunile și deformațiile ce au loc în zona de contact a plăcii cu șuruburile de fixare.



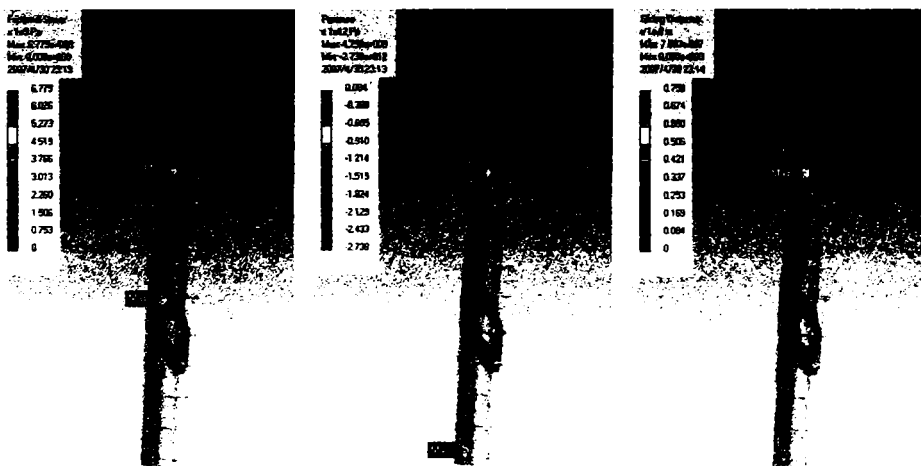
a) tensiunile de frecare      b) presiunea      c) tendința de alunecare





d) tendința de întrepătrundere dintre șuruburi și placă e) interstițiul dintre șuruburi și placă  
**Figura 5.67** Starea de tensiuni și deformații în zona de contact a șuruburilor cu placa

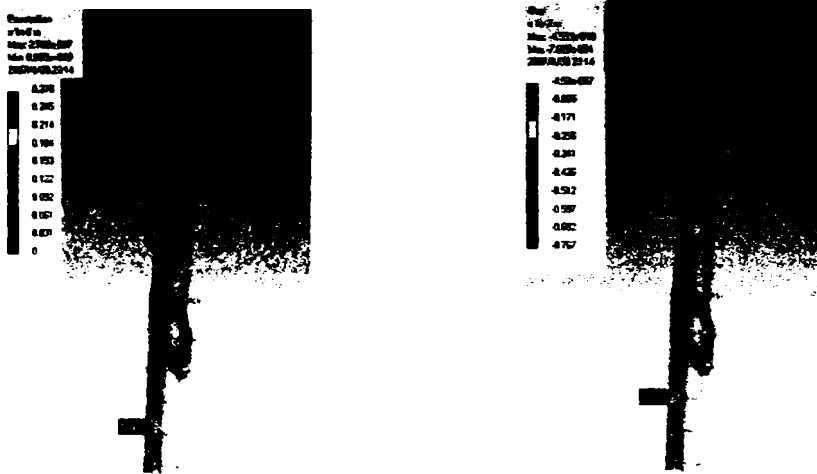
În figura 5.68 se prezintă tensiunile și deformațiile ce au loc în zona de contact a plăcii cu șuruburile de fixare.



a) tensiunile de frecare

b) presiunea

c) tendința de alunecare



d) tendința de întrepătrunderea a găurilor      e) interstițiul în găuri  
**Figura 5.68** Starea de tensiuni și deformații în găurile plăcii

Valorile stării de tensiuni și de deformații rezultate în urma analizei pentru ansamblul placă cu șuruburi – femur și placă se prezintă în tabelul 5.30, iar pentru zona de contact a șuruburilor cu placa și pentru găuri se prezintă în tabelul 5.31.

**Tabelul 5.30** Valorile stării de tensiuni și deformații pentru ansamblul os-implant și implant intertrohanterian

Analiza	Rezultanta, N	Tensiunea max. echivalentă, Pa	Starea de eforturi (Deformația elastică) max., m/m	Deformația totală max., m	Deformația max. pe direcția x, m	Deformația max. pe direcția y, m	Deformația max. pe direcția z, m
Ansamblul placă cu șuruburi – femur	2435,16	$7,4388 \times 10^8$	$1,1222 \times 10^{-2}$	$3,6251 \times 10^{-3}$	$9,6096 \times 10^{-7}$	$1,3979 \times 10^{-3}$	$3,9018 \times 10^{-4}$
Placă		$5,0365 \times 10^8$	$2,6096 \times 10^{-3}$	$3,1573 \times 10^{-3}$	$-5,7681 \times 10^{-4}$	$9,3161 \times 10^{-4}$	$3,9018 \times 10^{-4}$

**Tabelul 5.31** Valorile tensiunilor și deformațiilor pentru contactul placă – șuruburi și pentru cele din găuri

Analiza	Rezultanta, N	Tensiunea max. de frecare, Pa	Presiunea max., Pa	Tendința max. de alunecare, m	Tendința de pătrundere max., m	Interstițiul min., m
Contactul placă-șuruburi	2435,16	$6,7789 \times 10^9$	$4,293 \times 10^9$	$7,5827 \times 10^{-7}$	$2,7555 \times 10^{-7}$	$-1,964 \times 10^{-3}$
Găuri		$6,7789 \times 10^9$	$4,293 \times 10^9$	$7,5827 \times 10^{-7}$	$2,7555 \times 10^{-7}$	$-7,675 \times 10^{-4}$

Se remarcă faptul că tensiunile echivalente și starea de eforturi (deformațiile elastice echivalente) din ansamblul implant și din ansamblul placă cu șuruburi – femur sunt maxime și au valori destul de mari în găurile plăcii.

Starea de tensiuni și deformații la contactul dintre șuruburi și placă și în găuri sunt destul de ridicate în aceste zone studiate, în special tensiunile de frecare și presiunea, precum și tendința de alunecare, ceea ce duce la concluzia că ruperea în aceste zone poate oricând interveni (au fost examinate mai multe cazuri de rupere a plăcilor de fixare a fracturilor), dacă membrul este supus efortului zilnic.

Aceasta va fi demonstrată și prin analiza ruperii unei plăci cu șuruburi în subcapitolul următor.

## 5.4 Analiza ruperii prin oboseală în cazul implantelor osoase recuperate

Conform datelor prezentate în literatură (confirmate și de cazurile analizate în subcapitolul 5.2) ruperea implantelor se produce, cel mai adesea, în secțiunile cu concentratori de tensiune, iar aspectul suprafeței de rupere este specific ruperii prin oboseală. Aceste secțiuni sunt cele din găuri în cazul plăcilor cu șuruburi pentru osteosinteza fracturilor și zona fracturii inițiale.

*Oboseala* a fost definită ca „proces al schimbărilor structurale permanente, localizate și progresive, care apar într-un material supus unor condiții care produc tensiuni, de obicei, fluctuante într-un punct sau puncte care pot culmina cu fisuri sau ruperi complete după un număr suficient de cicluri” („Fatigue and Fracture”, vol 19 al „ASM Handbook”).

Analiza metalografică a suprafeței de rupere este în măsură să ofere o serie de informații cu privire la cauza ruperii prin oboseală. Cu toate acestea, trebuie remarcat faptul că fractografia este doar o parte a analizei defectelor unei componente rupte [193]. Ca și la alte tipuri de ruperi, identificarea precisă a oboselii necesită și înțelegerea comportamentului la rupere al materialului [27]. Evaluarea încărcărilor împreună cu fractografia, poate oferi informații mai complete despre cauza fundamentală a ruperii [113], [115].

Tehnicile de prevedere a inițierii fisurilor, a ritmului de propagare a fisurilor și durata oboselii, bazate pe condițiile de sarcină asupra componentelor și structurilor sunt prezentate în mai multe articole despre mecanică aplicată, ca de exemplu în „Metal Fatigue in Engineering” [155] sau în „Failure of Materials in Mechanical Design” [29]. Mecanismul și procesele oboselii sunt descrise în detaliu în „Fatigue of Materials” [157]. Aceste subiecte sunt, de asemenea, explicate în „Fatigue and Fracture”, vol 19 al „ASM Handbook”. Mai multe publicații prezintă exemple reprezentative de fractografii ale oboselii („Fractography”, vol 12, „Metals Handbook”; „A Fractography Atlas of Casting Alloys” [107]).

Ruperile provocate de oboseală, de obicei, au mai multe puncte de origine (puncte de inițiere sau amorse), o regiune de propagare a fisurilor și o zonă a ruperii finale.

Identificarea locurilor de inițiere și a naturii lor este importantă în analiza ruperilor provocate de oboseală, deoarece inițierea fisurilor este frecvent factorul care limitează durata de viață a structurii.

Discontinuitățile introduse în timpul fabricației (incluziuni foarte mari, discontinuități datorate sudurii, fisurări produse în timpul deformării la rece) sau a exploatarei (puncte de coroziune, coroziune prin frecare, cavernoasă, mici zgărieri pe suprafață, care conlucrează împreună cu mediul biologic și duc la coroziunea prin frecare) pot duce la inițierea fisurilor datorate oboselii, cu toate că o structură fără defecte ar fi avut o durată acceptabilă de viață.

Datorită faptului că avarierea plăcuțelor de osteosinteză pentru fixarea fracturilor se avariază datorită ruperii la oboseală, la care contribuie și coroziunea materialelor ce vin în contact (contactul dintre teșiturile găurilor plăcii și șuruburile de fixare) s-a efectuat analiza ruperii la oboseală.

Pentru completarea studiilor de avariere a plăcilor de osteosinteză, în cadrul tezei s-a realizat, de către autoare, analiza ruperii la oboseală a unei plăcii de

osteosinteză pentru fracturi de femur, efectuată cu ajutorul programului AFGROW. Mecanismul de rupere al plăcii de osteosinteză se datorează oboselei materialului. Scopul este calculul numeric al ciclurilor sau al pașilor parcurși de pacient până la rupere, în diferite condiții teoretice. Tensiunile din placă rezultate în urma aplicării sarcinilor au fost calculate prin metoda elementului finit. Numărul de cicluri ce conduce la rupere a fost calculat utilizând soluția închisă pentru ecuația NASGRO a propagării fisurii prin oboseală, pornind de la o fisură inițială de 0,5 mm, fisură care poate fi ușor produsă, prin zgâriere în timpul instalării protezei, urmată de coroziunea naturală datorată fluidelor din corpul uman.

Pentru un material dat, viteza de propagare a fisurii  $da/dN$  este o funcție complexă de mai multe variabile, printre care intensitatea variației tensiunii ( $\Delta K = K_{\max} - K_{\min}$ ), raportul tensiunilor ( $R = K_{\min} / K_{\max}$ ), temperatura și frecvența ciclurilor de sarcină. Forma generală a ecuației de propagare a fisurii este:

$$\frac{da}{dN} = f(\Delta(\Delta R, T, f, \dots)) \quad (5.1)$$

Unde:

$da/dN$  – viteza de creștere a adâncimii fisurii;

$\Delta K$  – domeniul de variație a factorului de multiplicare al tensiunii;

Există un număr de ecuații explicite pentru situațiile simplificate cum ar fi ecuația Paris (5.2) și ecuația Walker (5.3).

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta \Delta K)^n \quad (5.2)$$

$$\frac{da}{dN} = C_0 \left[ \Delta K (1 - R)^{m-1} \right]^n \quad (5.3)$$

Unde:

$C, n$  – parametri adimensionali de corelație;

$m$  – coeficient de formă.

Pentru o evaluare cât mai realistă,  $da/dN$  trebuie să permită introducerea a cât mai mulți factori. O abordare avansată a problemei o reprezintă ecuația NASGRO (denumită și ecuația Forman–Newman–de Koning) introdusă de *National Aeronautics and Space Administration* (NASA) și *European Space Agency* (ESA), ecuație des utilizată în industria aerospațială [210].

$$\frac{da}{dN} = C \cdot (\Delta \Delta_{\text{eff}})^n \cdot \frac{\left[ 1 - \frac{\Delta K_0}{\Delta K_{\text{eff}}} \right]^p}{\left[ 1 - \frac{K_{\max}}{K_{Jc}} \right]^q} \quad (5.4)$$

Unde:

$\Delta K_{\text{eff}}$  – factor de multiplicare efectiv ( $\Delta K_{\text{eff}} = K_{\max} - K_{\text{op}}$ ,  $K_{\text{op}}$  – factor de multiplicare instantaneu);

$\Delta K_0$  – factor limită de multiplicare al tensiunii;

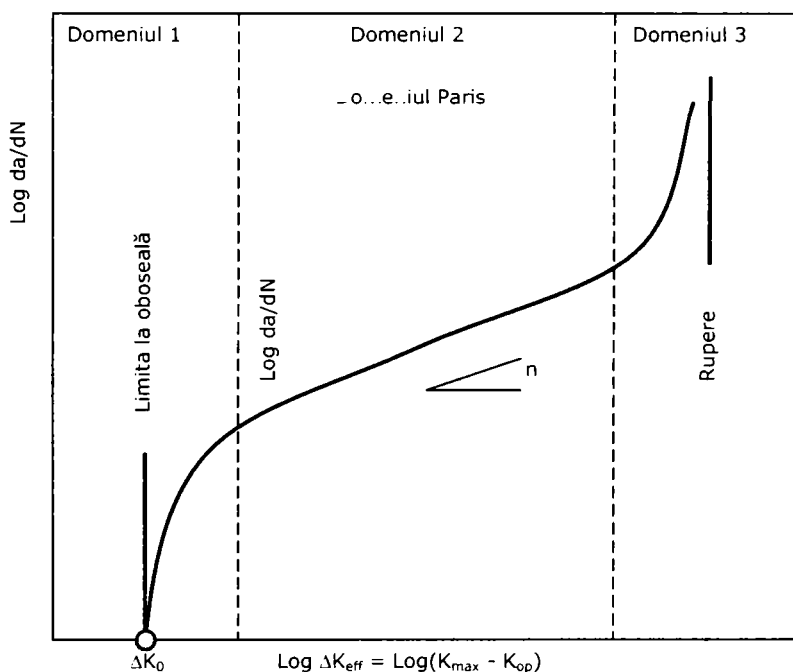
$K_{Jc}$  – factor de multiplicare al tensiunii care provoacă ruperea materialului;

$p, q$  – parametri adimensionali de corelație.

Această ecuație descrie toate domeniile diagramei  $da/dN$  raportat la  $\Delta K_{eff}$  (figura 5.69) [210].

Analiza ruperii la oboseală s-a realizat pe o placă de osteosinteză din oțel AISI 316, laminat la rece, comparativ cu cea din aliaj de titan Ti-6Al-4V. În ambele cazuri s-a pornit de la o fisură de lungime și adâncime 0,5 mm. Grosimea plăcii în ambele cazuri s-a considerat de 5 mm, iar diametrul găurii pentru șurub de 5 mm.

Caracteristicile mecanice și fizice luate în considerare pentru cele două materiale sunt prezentate în tabelul 5.32.

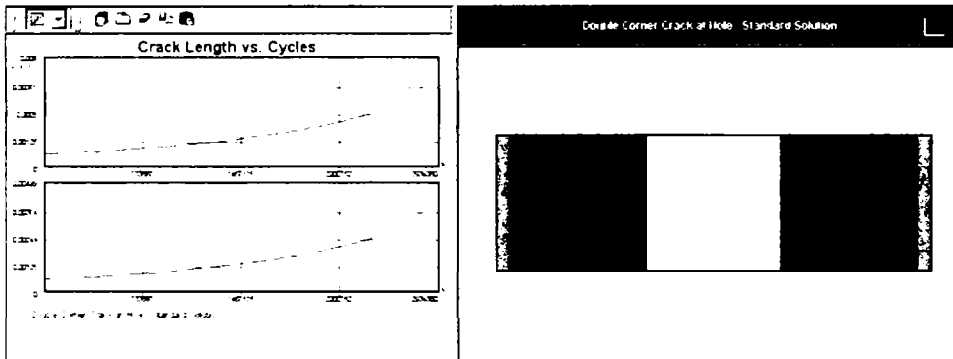


**Figura 5.69** Domeniile caracteristice la ruperea prin oboseală

**Tabelul 5.32** Proprietățile mecanice și fizice ale materialelor luate în considerare

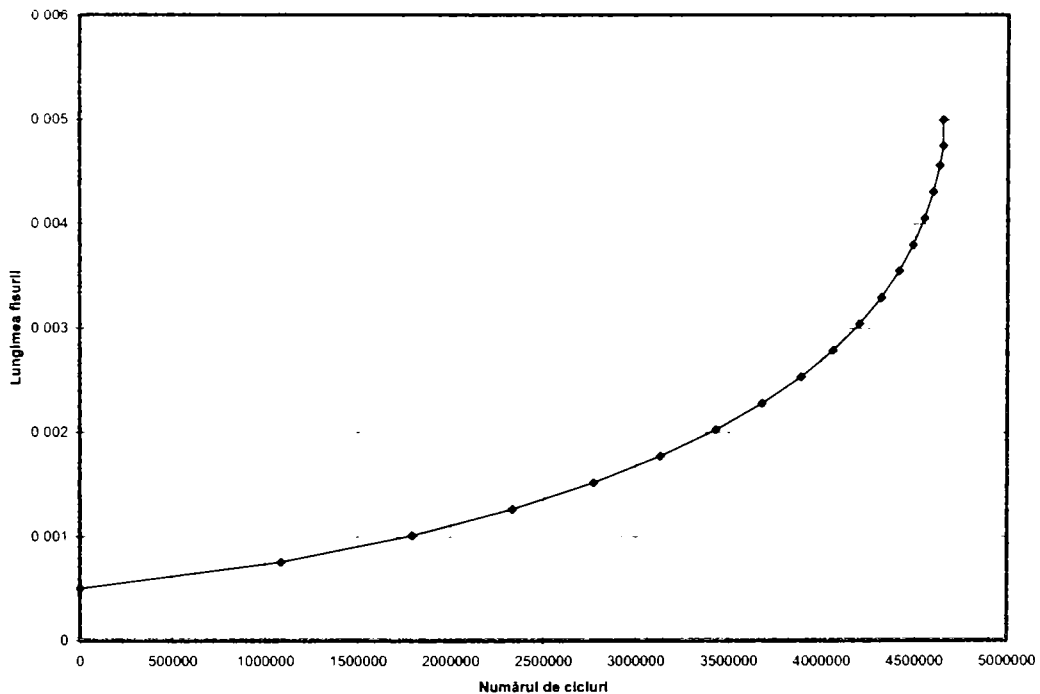
<b>Proprietăți de material</b>	<b>AISI 316</b>	<b>Ti-6Al-4V</b>
Modulul de elasticitate longitudinal (modulul lui Young), MPa	206843	110316
Coeficientul lui Poisson	0,33	0,31
Coeficientul de dilatare termică	$1,26 \times 10^{-5}$	$8,8 \times 10^{-6}$
Energia de rupere, KV la temperatura de 37 °C, J	219,769	87,907
Energia de rupere efectivă pentru o fisură eliptică, KV la temperatura de 37 °C, J	307,676	109,884
Limita de curgere, $R_{p0,2}$ , MPa	248,211	827,371
Constanta de propagare a fisurii (Paris)	$1,5315 \times 10^{-11}$	$1,6828 \times 10^{-11}$
Factorul deformare – tensiune	2,5	2,5

În figura 5.70 se prezintă aspectul teoretic, calculat prin ecuația Nasgro, a suprafeței de rupere pentru cele două materiale, zona neagră reprezintă suprafața plăcuței ruptă prin oboseală, cea gri suprafața ruptă fragil, în momentul cedării, iar zona albă reprezintă gaura prin care este introdus șurubul de fixare prin os.

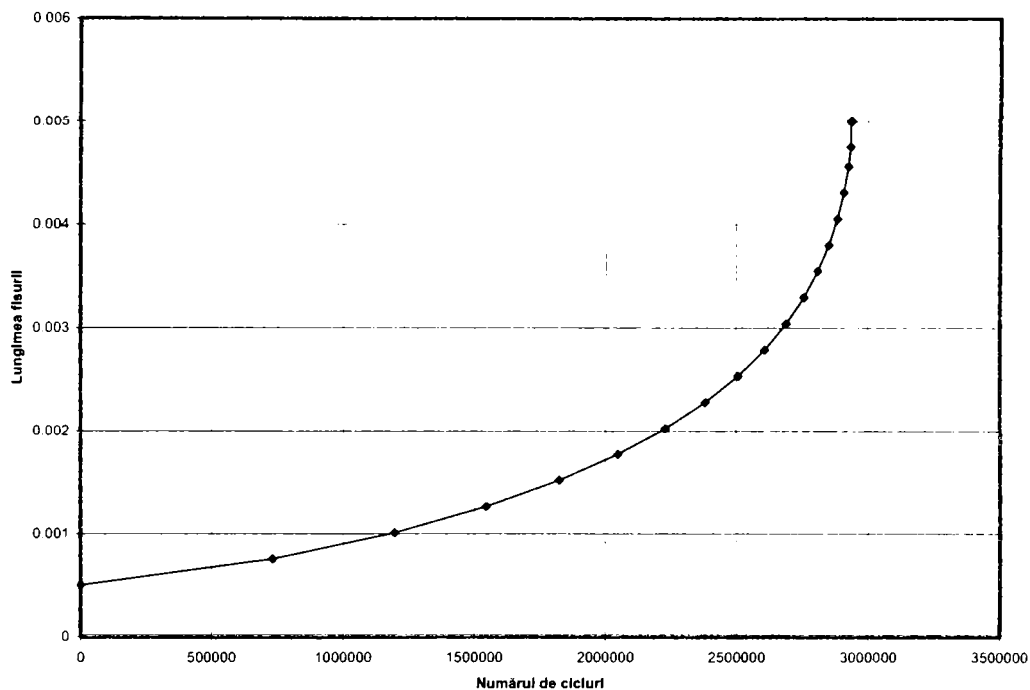


**Figura 5.70** Aspectul teoretic al suprafeței de rupere pentru cele două materiale

În figura 5.71 se prezintă curbele de propagare a fisurii în funcție de numărul de cicluri pentru cele două materiale analizate.



a) propagarea fisurii în funcție de numărul de cicluri pentru materialul AISI 316



b) propagarea fisurii în funcție de numărul de cicluri pentru materialul Ti-6Al-4V

**Figura 5.71** Aspectul propagării fisurii în funcție de numărul de cicluri

Calcularele au fost efectuate pentru cazul unei plăcuțe la care, în timpul fabricației sau al montării, s-a produs o zgârietură cu adâncimea de 0,5 mm în zona găurii de fixare a șurubului, defect constat în analizele anterioare pe mai multe plăcuțe.

Se constată că, pentru plăcuțe de forme și dimensiuni identice, în condiții similare de solicitare, rezistența la oboseală a oțelului AISI 316 este mult mai bună decât cea a aliajului de titan Ti-6Al-4V (4.600.000 cicluri, față de 2.900.000 cicluri).

Rezistența relativ redusă la oboseală a aliajelor de titan impune înlocuirea acestora în protezele solicitate la oboseală cu alte materiale metalice mai rezistente (aliaje Co-Cr) sau oțeluri inoxidabile austenitice, de preferință, fără Ni.

## Concluzii

1. Analizarea implantelor recuperate poate oferi informații prețioase privind comportarea acestora în organism.
2. Se impune ca procesul de recuperare și de analiză să fie efectuate după proceduri bine definite, care să permită o corectă interpretare și recunoașterea unanimă a rezultatelor obținute.
3. Cazurile analizate indică faptul că multe implantate pot fi scoase prematur din uz, ca urmare a nerespectării procedurilor clinice.

4. La mai multe plăcuțe pentru fixarea fracturilor a fost observată ruperea prin oboseală în zona de fixare a șuruburilor.
5. Calculul solicitărilor și deformațiilor în zonele de rupere nu indică valori ale tensiunilor suficient de mari pentru a produce ruperea.
6. Simularea ruperii prin oboseală indică, la solicitările uzuale o durată de funcționare mult mai mare decât cea reală.
7. Ruperea prematură se explică prin acțiunea simultană a oboselii și coroziunii, favorizate de producerea unor amorse în zonele cele mai solicitate.



# CONCLUZII, CONTRIBUȚII ORIGINALE ȘI DIRECȚII VIITOARE DE CERCETARE

Lucrarea se înscrie în contextul cercetărilor care au ca scop îmbunătățirea calității implantelor osoase prin selecția și utilizarea judicioasă a materialelor biocompatibile, în conformitate cu reglementările europene din domeniul calității.

Rezultatele studiilor teoretice și ale cercetărilor experimentale efectuate în cadrul tezei permit stabilirea următoarelor contribuții originale:

1. Realizarea unei analize referitoare la importanța materialelor în realizarea dispozitivelor medicale și, în special, a implantelor osoase, în condițiile evoluției continue a cerințelor impuse materialelor biocompatibile prin norme de stat sau reglementări ale unor organizații profesionale.

Se precizează cele mai noi tendințe în domeniul producerii și utilizării materialelor biocompatibile, precum și modalitățile de constrângere pentru satisfacerea cerințelor de calitate pentru diferitele etape ale proceselor de proiectare, fabricație sau implantare. Un rol important a fost acordat analizei aspectelor etice ale utilizării implantelor osoase, în condițiile în care se manifestă tot mai multe contradicții în ceea ce privește finanțarea cercetării, testările pe animale și pe oameni și chiar utilitatea unor reglementări foarte stricte în domeniul implantelor osoase.

2. Analiza stadiului actual în domeniul materialelor biocompatibile pornind de la stabilirea principalelor clase de materiale utilizate la realizarea implantelor osoase. Pentru fiecare clasă de materiale biocompatibile (materiale metalice, polimeri, materiale ceramice și compozite) sunt analizate caracteristicile fizico-mecanice și tehnologice specifice, domeniile de utilizare, exemple de materiale comerciale, materiale elaborate experimental în cadrul cercetărilor proprii, precum și încercările și analizele efectuate de autoare pentru caracterizarea acestor materiale:

- a. Prezentarea materialelor și aliajelor biocompatibile cuprinde analiza celor mai des utilizate tipuri de implante osoase (tije pentru articulații de șold, implante pentru fracturi trohanteriene, plăci și șuruburi pentru fixarea fracturilor oaselor lungi, etc.) cu stabilirea materialelor din care acestea sunt realizate (oțeluri inoxidabile, titan și aliaje de titan, aliaje pe bază de cobalt sau de nichel), a caracteristicilor structurale (determinate prin încercări în laboratoarele UPT) și a performanțelor lor de exploatare. Au fost prezentați o serie de factori care, pe viitor, vor tinde să limiteze tot mai mult utilizarea unor aliaje metalice (efectul alergic al nichelului din oțelurile inoxidabile, implicarea aluminiului din aliajul Ti-6Al-4V în apariția bolii Alzheimer, posibilul efect cancerigen al vanadiului), precum și tendințele previzibile pentru eliminarea acestor neajunsuri (utilizarea oțelurilor inoxidabile austenitice fără nichel sau cu conținut ridicat de azot, aliajele care conțin ca elemente de aliere elemente inerte, utilizarea unor aliaje de titan, care conțin elemente

- inerte cum sunt cele din sistemul Ti-Ta și Ti-Mo-Ta sau a aliajelor biocompatibile amorfe).
- b. Analiza materialelor ceramice utilizate la realizarea implantelor osoase cuprinde o prezentare a materialelor inerte folosite în realizarea articulațiilor (alumina monocristalină sau policristalină), ceramicele resorbabile (sulfat de calciu, trifosfat de calciu), ceramicele cu suprafața activă (sticle bioactive, ceramice sticloase bioactive, hidroxiapatită). Această analiză cuprinde, de asemenea, încercări proprii efectuate în scopul caracterizării acestor materiale.
  - c. Prezentarea polimerilor biocompatibili se referă atât la materialele polimerice utilizate în prezent la realizarea unor implantate (polietilenă, polimetacrilat de metil, etc.), cât și la principalele direcții de dezvoltare a acestei categorii de biomateriale (biopolimeri inteligenți, suporturi în ingineria țesutului, realizarea unor dispozitive multifuncționale).
  - d. Analiza materialelor compozite biocompatibile urmărește precizarea principalului avantaj al acestei clase de biomateriale (posibilitatea de combinare a mai multor materiale din clase diferite, în scopul obținerii unor structuri foarte asemănătoare cu cele ale țesuturilor dure).

3. O analiză extinsă a principalelor reglementari legislative privind dispozitivele medicale valabile în România (*Directiva europeană 93/43/EEC din 14 iunie 1993*, respectiv *Legea 176/18 octombrie 2000 privind dispozitivele medicale* în România) cu precizarea principalelor definiții și clasificări, precum și a reglementărilor privind cerințele standardelor în domeniul dispozitivelor medicale. Se prezintă standardele armonizate adoptate ca SR EN sub incidența directivei 90/385/EEC (*Active implantable Medical Devices*), precum și standardele privind implantele chirurgicale neactive adoptate și armonizate în România.

4. Realizarea unei prezentări detaliate a standardizării în domeniul implantelor osoase cu indicarea strategiilor globale și a sistemelor naționale de certificare a calității în domeniul implantelor osoase (pentru România *OG 38/30.01.1998* și prin *HG 168/5.05.1997*). Sunt prezentate totodată reglementările privind selecția și utilizarea biomaterialelor (seria de standarde SR ISO 5832 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice*, părțile 1-14 din anii 1996-2007), precum și principalele caracteristici impuse materialelor utilizate la realizarea acestor implantate (compoziția chimică corespunzătoare, stabilită pe șarjă de topitură sau lingouri, microstructura după recoacere, conformă din punctul de vedere al mărimii de grăunte, a conținutului de incluziuni, a absenței sau prezenței anumitor faze, caracteristici mecanice determinate pe epruvete prelevate conform standardelor de încercări mecanice cuprinse între limitele specificate). Sunt prezentate standardele și normativele care reglementează controlul proiectării și analiza de risc (SR EN ISO 14971: 2003 *Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale*), controlul producției, procesele clinice, conservarea și depozitarea dispozitivelor medicale, procesul de dezvoltare al standardizării. În ceea ce privește reglementările privind standardizarea dispozitivelor medicale în România, se prezintă politica standardizării și procedura adoptării de standarde europene și internaționale ca standarde române prin publicarea versiunii în limba română, conform prevederilor din standardul SR 10000-9: 2000 *Principiile și metodologia standardizării. Adoptarea și publicarea standardelor europene ca standarde române*.

5. O analiză a standardelor românești și internaționale privind dispozitivele medicale:
- a. Standarde privind materialele biocompatibile (seria de standarde SR EN ISO 5832 *Implanturi chirurgicale. Produse metalice. Partea 1 ... Partea 14 din 1996-2007*; ISO 5833: 2002 *Implanturi chirurgicale – Ciment pe bază de rășină acrilică*, seria de standarde ISO 5834 *Implanturi chirurgicale – Polietilenă de ultraînaltă densitate – Partea 1 ... Partea 5 din 2005-2006*; seria de standarde ISO 13779 *Implanturi chirurgicale – Hidroxiapatită – Partea 1 ... Partea 4 din 2002-2007*; etc.);
  - b. Standarde pentru implantele chirurgicale (SR EN ISO 14630: 2005 *Implanturi chirurgicale neactive – Cerințe generale*, SR EN ISO 14602: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Implanturi pentru osteosinteză. Cerințe particulare*, SR EN 12010: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive – Proteze ale articulațiilor – Cerințe particulare*, etc.);
  - c. Standarde pentru încercările specifice (ASTM F86-04 *Pregătirea suprafețelor și marcarea implantelor chirurgicale metalice*, ASTM F561-05a *Recuperarea și analiza dispozitivelor medicale implantate și a țesuturilor asociate*, ASTM F565-04 *Întreținerea și mânuirea implantelor ortopedice și a instrumentarului*, ASTM F983-86 (2005) *Marcarea permanentă a componentelor implantului ortopedic*, etc). O categorie importantă a acestor standarde o reprezintă standardele de biocompatibilitate (spre exemplu, seria de standarde SR EN ISO 10993 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 1 ... Partea 18 din 2002-2007*, care precizează procedurile de evaluarea clinică pentru ieșirea pe piață a unui produs nou.

6. O analiză a formelor de coroziune specifice materialelor utilizate la implantate osoase (generală, localizată, cavernoasă, intercristalină, prin oboasă, etc.) exemplificate prin analize proprii efectuate asupra unor materiale metalice. Se identifică totodată o serie de particularități ale comportării la coroziune pentru metalele și aliajele biocompatibile (oțeluri inoxidabile, titan și aliaje de titan, aliaje cobalt-crom, aliaje nichel-titan).

7. Pentru două dintre cele mai utilizate clase de materiale metalice biocompatibile (oțelurile inoxidabile austenitice și titanul comercial) a fost realizat un program de încercări prin care s-a urmărit stabilirea efectului unor procedee de deformare plastică la rece asupra structurii și implicit a rezistenței la coroziune. În acest scop, 4 probe din oțel inoxidabil AISI 316L și 6 probe de titan comercial pur Clasa 2, deformate plastic la rece, cu diferite grade de deformare au fost analizate prin microscopie optică pentru evidențierea modificărilor structurale și prin difracție de raze X pentru stabilirea nivelului tensiunilor interne în urma deformării plastice. Astfel, în cazul oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L, la creșterea gradului de deformare de la  $\varepsilon_1 = 52\%$  la  $\varepsilon_2 = 80\%$ , tensiunile reziduale de ordinul II cresc de la  $\sigma_1 = 200 \text{ N/mm}^2$  la  $\sigma_2 = 600 \text{ N/mm}^2$ , iar în cazul titanului pur comercial starea de tensiuni reziduale de ordinul II, rezultate în urma deformării plastice la rece este:  $\sigma_1 = 65 \text{ N/mm}^2$ ,  $\sigma_2 = 65 \text{ N/mm}^2$  și  $\sigma_3 = 85 \text{ N/mm}^2$ .

S-a urmărit totodată posibilitatea de refacere a structurii și reducerea nivelului tensiunilor remanente prin tratamente termice de recoacere aplicate

probelor deformate. Astfel: în cazul oțelului inoxidabil austenitic AISI 316L s-a aplicat o recoacere cu următorii parametri:  $T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$  timp de 20 min, respectiv 25 min, atmosfera fiind vid, la  $10^{-6}$  torr, iar în cazul titanului pur comercial Clasa 2 s-a aplicat același tratament de recoacere cu parametri:  $T = 700\text{ }^{\circ}\text{C}$  timp de 15 min, respectiv 20 min, atmosfera fiind vid, la  $10^{-6}$  torr. S-a constatat că, în cazul oțelului inoxidabil starea de tensiuni reziduale a fost înlăturată, la toate gradele de deformare, iar în cazul titanului starea de tensiuni interne a fost înlăturată doar la proba cu cel mai mic grad de deformare, la celelalte probe starea de tensiuni rămâne aceeași sau crește.

Rezultatele obținute permit stabilirea regimurilor optime de tratament termic pentru implantele prelucrate prin deformare plastică la rece, pentru a asigura un nivel minim al tensiunilor remanente, și anume: în cazul implantelor obținute prin deformare plastică la rece din oțel inoxidabil austenitic AISI 316L, se impune ca, pentru omogenizarea structurală și înlăturarea tensiunilor interne, să se aplice fie un tratament termic de recoacere, fie un tratament de călire de punere în soluție în atmosferă de Ar, la  $1070\text{ }^{\circ}\text{C}$ , iar în cazul implantelor din titan comercial pur obținute prin deformare plastică la rece cu același grad de deformare, se impune creșterea temperaturii sau a timpului de recoacere pentru înlăturarea stării de tensiuni interne.

8. Efectul tensiunilor interne asupra comportării la coroziune a fost evidențiat prin măsurarea vitezei de coroziune în mediu biologic simulat prin voltametrie ciclică în soluție Hartman (NaCl: 6,02 g; KCl: 0,37 g; CaCl<sub>2</sub>/CaCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O: 0,29 g; Natrium lactat: 3,14 g, cu osmolaritatea teoretică de: 278).

Rezultatele încercărilor la coroziune au confirmat existența unor viteze de coroziune mai ridicate în cazul probelor deformate plastic la rece sau a celor la care structura este afectată prin efectul sudării sau al unor tratamente termice în atmosferă oxidantă. Astfel, s-a constatat un comportament bun la coroziune pentru materialul AISI 321, cu o viteză de coroziune de  $5,777\text{ }\mu\text{m}/\text{an}$  pentru starea recopt în mediu neutru și sudat cu o viteză de coroziune de  $6,861\text{ }\mu\text{m}/\text{an}$ , respectiv un comportament mai slab pentru oțelul laminat la rece AISI 316 cu o viteză de coroziune de  $59,42\text{ }\mu\text{m}/\text{an}$ , pentru oțelul AISI 316L laminat cu grad de deformare de 50% cu o viteză de coroziune în mediu biologic de  $19,47\text{ }\mu\text{m}/\text{an}$  și pentru oțelul AISI 304L recopt în mediu oxidant cu o viteză de coroziune de  $82,37\text{ }\mu\text{m}/\text{an}$ .

Analiza metalografică efectuată pe suprafața probelor supuse încercării la coroziune a demonstrat existența unei forme de coroziune în puncte. Adâncimile de coroziune în puncte și apariția altor forme de coroziune sunt dependente de gradul de deformare al oțelului și de starea în care se află, spre exemplu, o adâncime de coroziune de  $63\text{ }\mu\text{m}$  pentru oțelul AISI 304L recopt în mediu oxidant.

9. Un studiu privind necesitatea eliminării oțelurilor austenitice cu nichel din procesul de fabricație a implantelor osoase (în conformitate cu *Directiva Consiliul European 94/27/EC din 30 iunie 1994*, care spune că nichelul și aliajele acestuia nu se pot utiliza decât în anumite concentrații și anume: concentrația de nichel trebuie să fie mai mică decât 0,05% în asamblurile inserate în părți perforate ale corpului, iar viteza eliberării nichelului mai mică de  $0,5\mu\text{g}/\text{cm}^2\text{-săptămână}$  pentru produsele ce vin în contact direct cu pielea, precum și analiza posibilităților de folosire a unor oțeluri inoxidabile cu structură și proprietăți similare, dar care să nu conțină nichel. În urma analizării mai multor reglementări privind utilizarea oțelurilor inoxidabile fără nichel (standardele britanice: BS EN 1810:1998 *Metoda de încercare de referință pentru conținutul de nichel – Ansambluri ulterioare pentru locuri perforate*

- *Metoda de încercare de referință pentru determinarea conținutului de nichel prin spectrometrie de absorbție atomică cu flacără*, BS EN 1811: 1999 *Metoda de încercare de referință pentru eliberarea de nichel – Metoda de încercare de referință pentru eliberarea de nichel din produse intenționate a veni în contact direct și prelungit cu pielea*, BS EN 12472: 1999 *Metodă pentru simularea produselor acoperite la uzare și coroziune – Încercare la uzare și coroziune pentru detectarea eliberării nichelului din produsele acoperite și standardul european: prEN 12471: 1998 Metodă de sortare a eliberării de nichel – Testul de sortare pentru eliberarea de nichel din aliaje și acoperiri ale produselor de consum ce vin în contact direct și prelungit cu pielea*), s-a concluzionat că, un oțel inoxidabil care să poată fi folosit cu succes ca material biocompatibil, trebuie să asigure următoarele cerințe:

- a. absența nichelului;
- b. absența feromagnetismului;
- c. rezistență ridicată la coroziune;
- d. proprietăți mecanice bune;
- e. comportare bună la lustruire.

Analiza procesului metalurgic de obținere a structurii austenitice (caracterizată prin absența feromagnetismului, bune proprietăți mecanice și tehnologice) a condus la ideea că nichelul poate fi înlocuit cu mangan în proporție de 21-24% sau azot în proporție de 0,75-1% (ambele elemente gamagene). Pe baza modificării solubilității azotului în soluția solidă, s-a stabilit că valoarea maximă a concentrației de azot poate fi de 0,9% în condițiile alierii cu mangan. Un asemenea material produs deja de către firma Carpenter Technology Corporation este aliajul BioDur 108, ale cărui proprietăți de catalog se ridică la nivelul oțelurilor inoxidabile austenitice din clasa din care face parte și oțelul AISI 316L, atât în ceea ce privește caracteristicile mecanice, cât și în privința rezistenței la coroziune.

10. Au fost elaborate, în condiții de laborator, mai multe mostre de aliaje (oțeluri inoxidabile austenitice fără nichel) prin topire prin inducție în creuzet de alumina, pornind de la un prealiaj Fe-Cr, la care s-au adăugat concentrații diferite de crom, mangan și molibden sub formă pură. În urma acestor încercări a fost selectat un aliaj cu aproximativ 13% Cr, 25% Mn și 4% Mo, care nu este feromagnetic și are structură austenitică, dovedită prin analiză metalografică și prin poziționarea pe diagrama Shaffler. Oțelul are o plasticitate bună (duritate de 195 HV5) și o rezistență la coroziune comparabilă cu cea oțelurilor cu nichel, viteza de coroziune în mediu biologic simulat – soluție Hartman fiind de 14,91  $\mu\text{m}/\text{an}$ .

11. O analiză a cauzelor care conduc la ieșirea prematură din uz a implantelor ortopedice în diferite stadii ale procesului (selecția biomaterialelor, proiectarea dispozitivului, testarea configurației materialelor alese, testarea biologică a implantelor, fabricarea și sterilizarea, ambalarea, transportul și depozitarea, manipularea clinică și procedura chirurgicală, acțiunea pacientului). Identificarea cauzei reale a ieșirii din uz (dar și perfecționarea unora care și-au îndeplinit integral funcția) se poate face în urma acțiunii de recuperare și evaluare a implantelor.

Analiza implantelor recuperate și analizate poate evidenția câteva aspecte ale mecanismului de avariere: existența unei deficiențe a modelului; alegerea unor materiale nepotrivite; apariția avariei datorită faptului că încercările preclinice ale dispozitivului nu au dezvăluit anumite defecte ale execuției sau materialelor, ce devin aparente după utilizarea clinică pe scară largă; momentul apariției defectului (în timpul fabricației sau al implantării); un răspuns fiziologic anormal al pacientului la implant (de exemplu, hipersensibilitate sau tendință spre coagularea sângelui).

De asemenea, se precizează cauzele posibile ale avarierii dispozitivelor medicale, etapele de testare ale acestora în urma recuperării, precum și scopurile procesului recuperării și evaluării implantelor: determinarea modului și mecanismului de avariere, identificarea efectelor pacientului și ale factorilor protezei asupra performanței implantării, determinarea mecanismelor interacțiunilor țesut – material, dezvoltarea de criterii de proiectare pentru viitoare implantate, etc.

12. Realizarea unui program de cercetare a unui număr de 15 implantate recuperate, ca urmare a apariției unor deficiențe în funcționare (pierderea contactului implantului cu țesutul înconjurător, afectarea țesuturilor învecinate, uzura excesivă, deformarea sau ruperea implantului). Pentru toate cazurile studiate au fost efectuate analize chimice ale materialului implantului, analize metalografice (prin microscopie optică sau microscopie electronică cu baleiaj) pentru stabilirea structurii și a gradului de puritate. În cazul implantelor rupte s-a efectuat și analiza fractografică în scopul stabilirii tipului de rupere și a zonelor de amorsare.

Studiile clinice efectuate pe o serie de cazuri prin analiza fișei de monitorizare a pacientului și a radiografiilor corespunzătoare înainte și după implantare, indică faptul că multe implantate pot fi scoase prematur din uz, ca urmare a nerespectării procedurilor clinice, în special din partea pacientului în perioada post-operatorie. Analiza metalografică, prin microscopie electronică și a compoziției chimice pe implantatele rupte, plăci pentru osteosinteza fracturilor, a permis identificarea ruperii prin oboseală în zona de fixare a șuruburilor. Ruperea prematură se explică prin acțiunea simultană a oboselii și coroziunii, favorizate de producerea unor amorse în zonele cele mai solicitate.

Pentru elucidarea modului de solicitare a implantelor analizate, în cazul a 3 implantate reprezentative (tijă pentru articulație de șold, implant de fixare a fracturilor intertrohanteriene și placă de osteosinteză fixată cu șuruburi pentru fracturi de femur) au fost analizate valorile tensiunilor și deformațiilor din zonele periculoase, folosind programul ANSYS 10. Valorile obținute în urma simulării confirmă rezultatele analizelor anterioare, dar se constată că, în cazul implantului trohanterian rupt, solicitările calculate, spre exemplu, valoarea tensiunii maxime este de 5141,6 Pa, și nu atinge nivelul rezistenței la rupere a oțelului luat în considerare (AISI 316) de  $2,00 \times 10^8$  Pa, depășind această valoare în cazul implantului care a suprasolicitat articulația, datorită faptului că țesutul înconjurător nu a putut distribui o parte din sarcini implantului, valoarea tensiunii maxime fiind de  $4,45 \times 10^8$  Pa, respectiv în cazul plăcii de osteosinteză ruptă, valoarea tensiunii maxime fiind de  $5,0365 \times 10^8$  Pa.

Pentru explicarea ruperii în aceste cazuri, s-a realizat o simulare a comportării la rupere prin oboseală cu ajutorul programului AFGROW. Rezultatele procesului de simulare a ruperii sunt similare cu cele ale ruperilor reale, dar la durate de funcționare mult mai mari. Concluzia acestor analize este aceea că, ruperea acestor implantate s-a realizat prin propagarea în timp a fisurii la solicitări ciclice (rupere prin oboseală) favorizată de fenomenele de coroziune atât în faza de amorsare a fisurii, cât și în etapa de propagare.

Calcululele au fost efectuate pentru cazul unei plăcuțe la care, în timpul fabricației sau al montării, s-a produs o zgârietură cu adâncimea de 0,5 mm în zona găurii de fixare a șurubului, defect constatat în analizele anterioare pe mai multe plăcuțe. Se constată astfel, că, pentru plăcuțe de forme și dimensiuni identice, în condiții similare de solicitare, rezistența la oboseală a oțelului AISI 316 este mult mai bună decât cea a aliajului de titan Ti-6Al-4V (4.600.000 cicluri, față de 2.900.000 cicluri).

Studiile și cercetările efectuate au condus la deschiderea unor noi direcții de cercetare, care urmează a fi abordate în viitor:

1. Perfecționarea procedurii de analiză a biocompatibilității *in vitro* prin utilizarea unor medii biologice simulate cu un comportament cât mai apropiat de cel al mediului biologic real, inclusiv în condiții de încărcare constantă sau ciclică.
2. Elaborarea și caracterizarea mai multor mărci de oțeluri inoxidabile austenitice fără nichel în scopul standardizării acestor noi aliaje la nivel național.
3. Perfecționarea tehnologiei de elaborare a acestor aliaje în direcția îmbogățirii conținutului de azot și reducerii conținutului de mangan.
4. Completarea procedurilor de recuperare și evaluare a implantelor avariate prin studierea efectului/ comportamentului implantului asupra țesutului învecinat în timpul funcționării.

Lista standardelor armonizate adoptate ca SR EN sub incidența directivei: 93/42/EC *Medical Devices*, în conformitate cu OJ C 216 din 2006-09-07.

SR EN 1041:2003 *Informații furnizate de producători împreună cu dispozitivele medicale*

SR EN 1060-1:2003 *Tensiometre neinvazive. Partea 1: Cerințe generale*

SR EN 1060-1:2003/A1:2003 *Tensiometre neinvazive. Partea 1: Cerințe generale*

SR EN 1060-2:2003 *Tensiometre neinvazive. Partea 2: Cerințe suplimentare pentru tensiometrele mecanice*

SR EN 1060-3:2003 *Tensiometre neinvazive. Partea 3: Cerințe suplimentare pentru sistemele electromagnetice de măsurare a presiunii sanguine*

SR EN 1060-3:2003/A1:2006 *Tensiometre neinvazive. Partea 3: Cerințe suplimentare pentru sistemele electromagnetice de măsurare a presiunii sanguine*

SR EN 1060-4:2005 *Tensiometre neinvazive. Partea 4: Proceduri pentru determinarea preciziei întregului sistem de tensiometre neinvazive automate*

SR EN 1089-3:2004 *Butelii transportabile de gaz. Identificarea buteliilor de gaz. Partea 3: Codul culorilor*

SR EN 12006-2:2000 *Implanturi chirurgicale neactive. Cerințe particulare pentru implanturi cardiace și vasculare. Partea 2: Proteze vasculare care cuprind conducte pentru valve*

SR EN 12006-3:2000 *Implanturi chirurgicale neactive. Cerințe particulare pentru implanturi cardiace și vasculare. Partea 3: Dispozitive endovasculare*

SR EN 12010:2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației. Cerințe particulare*

SR EN 12011:2000 *Instrumentar utilizat în asociere cu implanturi chirurgicale neactive. Cerințe generale*

SR EN 12182:2003 *Mijloace ajutătoare tehnice pentru persoane invalide. Cerințe generale și metode de încercare*

SR EN 12183:2003 *Fotolii rulante propulsate manual. Cerințe și metode de încercare*

SR EN 12184:2003 *Fotolii rulante acționate electric, scutere și alimentatoarele lor. Cerințe și metode de verificare*

SR EN 12322:2003 *Dispozitive medicale pentru diagnostic in vitro. Medii de cultură pentru microbiologie. Criterii de performanță pentru medii de cultură*

SR EN 12322:2003/A1:2003 *Dispozitive medicale de diagnostic in vitro. Mediu de cultură pentru microbiologie. Criterii de performanță pentru mediile de cultură*

SR EN 12342:2003 *Taburi de respirație destinate a fi utilizate cu aparatura de anestezie și ventilatoare*

SR EN 12442-1:2002 *Țesuturi animale și derivatele lor utilizate la fabricarea dispozitivelor medicale. Partea 1: Analiza și managementul riscului*

SR EN 12442-2:2002 *Țesuturi animale și derivatele lor utilizate la fabricarea dispozitivelor medicale. Partea 2: Verificări privind sursa, colectarea și manevrarea*

SR EN 12442-3:2002 *Țesuturi animale și derivatele lor utilizate la fabricarea dispozitivelor medicale. Partea 3: Validare a eliminării și/sau a inactivării virusilor și agenților transmisibili*

SR EN 12470-1:2003 *Termometre medicale. Partea 1: Termometre de sticlă cu lichid metalic, cu dispozitiv de maxim*

SR EN 12470-2:2004 *Termometre clinice. Partea 2: Termometre tip schimbător de fază (matrice în puncte)*



- SR EN 12470-3:2003 *Termometre medicale. Partea 3: Performanțele termometrelor electrice compacte (prin comparație și prin extrapolare) cu dispozitiv de maximum*
- SR EN 12470-4:2004 *Termometre clinice. Partea 4: Performanța termometrelor electrice cu măsurare continuă*
- SR EN 12470-5:2003 *Termometre medicale. Partea 5: Performanțele termometrelor auriculare pe bază de radiații infraroșii (cu dispozitiv de maxim)*
- SR EN 12523:2003 *Proteze și orteze externe pentru membre. Cerințe și metode de încercare*
- SR EN 12563:2000 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației. Cerințe specifice pentru protezele articulației de șold*
- SR EN 12564:2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației. Cerințe specifice pentru protezele articulației de genunchi*
- SR EN 1280-1:2003 *Sisteme de umplere cu agent specific pentru vaporizatoare de anestezie. Partea 1: Sisteme de umplere cu clapetă dreptunghiulară*
- SR EN 1280-1:2003/A1:2003 *Sisteme de umplere cu agent specific pentru vaporizatoare de anestezie. Partea 1: Sisteme de umplere cu clapetă dreptunghiulară*
- SR EN 1281-2:2003 *Echipament de anestezie și respirație. Racorduri conice. Partea 2: Racorduri prin înșurubare care suportă greutate*
- SR EN 1282-2:2005 *Tuburi de traheostomie. Partea 2: Tuburi pediatrică*
- SR EN 13014:2003 *Racorduri pentru tuburile de prelevare a gazelor echipamentului de anestezie și respirație*
- SR EN 13060:2004 *Sterilizatoare mici cu abur*
- SR EN 13220:2003 *Dispozitive cu debitmetre pentru prizele de perete ale rețelelor de distribuție a gazelor medicale*
- SR EN 13328-1:2003 *Filtre pentru sisteme respiratorii pentru anestezie și îngrijire medicală respiratorie. Partea 1: Metoda de încercare cu soluție salină pentru evaluarea performanțelor filtrării*
- SR EN 13328-2:2003 *Filtre pentru sisteme respiratorii utilizate în anestezie și respirație. Partea 2: Aspecte altele decât filtrarea*
- SR EN 13328-2:2003/A1:2004 *Filtre pentru sisteme respiratorii utilizate în anestezie și respirație. Partea 2: Aspecte altele decât filtrarea*
- SR EN 13503-8:2002 *Implanturi oftalmice. Lentile intraoculare. Partea 8: Cerințe fundamentale*
- SR EN 13544-1:2003 *Echipament de terapie respiratorie. Partea 1: Sisteme de dispozitive pentru aerosoli și componentele lor*
- SR EN 13544-1:2003/A1:2004 *Echipament de terapie respiratorie. Partea 1: Sisteme de dispozitive pentru aerosoli și componentele lor*
- SR EN 13544-2:2003 *Echipament pentru terapie respiratorie. Partea 2: Tuburi și conectoare*
- SR EN 13544-3:2002 *Echipament de terapie respiratorie. Partea 3: Dispozitive de antrenare a aerului*
- SR EN 13624:2004 *Antiseptice și dezinfectante chimice. Testarea cantitativă a suspensiei pentru evaluarea activității fungicide a dezinfectantelor chimice pentru instrumentarul utilizat în domeniul medical. Metoda de testare și prescripții (faza 2, etapa 1)*
- SR EN 13718-1:2003 *Ambulanțe aeriene, maritime și de teren dificil. Partea 1: Cerințe referitoare la interfața dispozitivelor medicale pentru continuitatea îngrijirii pacienților*
- SR EN 13718-2:2003 *Ambulanțe aeriene, maritime și de teren dificil. Partea 2: Cerințe tehnice și operaționale pentru continuitatea îngrijirii pacientului*

SR EN 13726-1:2003 *Metode de încercare pentru pansamente primare în contact cu rana. Partea 1: Aspecte ale absorbției*

SR EN 13726-2:2003 *Metode de încercare pentru pansamente primare în contact cu rana. Partea 2: Rata transmisiei vaporilor de apă prin pansamente cu film permeabil*

SR EN 13727:2004 *Antiseptice și dezinfectante chimice. Testarea cantitativă a suspensiei pentru evaluarea activității bactericide a dezinfectantelor chimice pentru instrumentarul utilizat în domeniul medical. Metoda de testare și prescripții (faza 2, etapa 1)*

SR EN 13795-1:2003 *Câmpuri chirurgicale, halate și costume filtru utilizate ca dispozitive medicale pentru pacienți, personal medical și ca echipament. Partea 1: Cerințe generale pentru producători, prelucrători și produse*

SR EN 13795-2:2005 *Câmpuri chirurgicale, halate și costume filtru, utilizate ca dispozitive medicale pentru pacienți, personal medical și echipamente. Partea 2: Metode de încercare*

SR EN 13824:2005 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Tratarea aseptică a dispozitivelor medicale lichide. Cerințe*

SR EN 13826:2004 *Spirometru pentru măsurarea debitelor maxime expiratorii*

SR EN 13867:2003 *Concentrate pentru hemodializă și terapii asociate*

SR EN 13976-1:2004 *Sisteme de salvare. Transport incubatoare. Partea 1: Condiții de interfață*

SR EN 13976-2:2004 *Sisteme de salvare. Transport incubatoare. Partea 2: Cerințe sistem*

SR EN 14079:2003 *Dispozitive medicale neactive. Cerințe de performanță și metode de încercare pentru tifon de bumbac absorbant și tifon absorbant de bumbac și vâscoză*

SR EN 14180:2004 *Sterilizatoare pentru scopuri medicale. Sterilizatoare cu abur și formaldehidă la temperatură joasă. Cerințe și încercări*

SR EN 1422:2003 *Sterilizatoare de uz medical. Sterilizatoare cu oxid de etilenă. Cerințe și metode de verificare*

SR EN 14299:2004 *Implanturi chirurgicale neactive. Cerințe particulare pentru implanturi cardiace și vasculare. Cerințe specifice pentru endoprotezele arteriale*

SR EN 14348:2005 *Antiseptice și dezinfectante chimice. Testarea cantitativă a suspensiei pentru evaluarea activității micobactericide a dezinfectantelor chimice de uz medical, inclusiv a dezinfectantelor pentru instrumentar. Metode de testare și cerințe (fază 2, etapă 1)*

SR EN 14683:2006 *Măști chirurgicale. Cerințe și metode de încercare*

SR EN 1618:2003 *Catetere altele decât catetere intravasculare. Metode de încercare pentru proprietățile comune*

SR EN 1639:2004 *Medicină dentară. Dispozitive pentru medicina dentară. Instrumente*

SR EN 1640:2004 *Medicină dentară. Dispozitive medicale pentru medicina dentară. Echipamente*

SR EN 1641:2004 *Medicină dentară. Dispozitive medicale pentru stomatologie. Materiale*

SR EN 1642:2005 *Stomatologie. Dispozitive medicale pentru stomatologie. Implanturi dentare*

SR EN 1707:2003 *Asamblări conice 6% (Luer) pentru seringi, ace și alte echipamente medicale de precizie. Asamblări de blocare*

SR EN 1782:2003 *Tuburi traheale și racorduri*

SR EN 1789:2002 *Vehicule medicale și echipamentele lor. Ambulanțe rutiere*

- SR EN 1789:2002/A1:2003 *Vehicule medicale și echipamentele lor. Ambulanțe rutiere*
- SR EN 1820:2005 *Balon rezervor pentru anestezie*
- SR EN 1865:2003 *Specificații pentru brancarde și alte echipamente pentru transportul pacienților în ambulanțe*
- SR EN 1970:2002 *Paturi reglabile pentru persoane invalide. Cerințe și metode de încercare*
- SR EN 1970:2002/A1:2005 *Paturi reglabile pentru persoane invalide. Cerințe și metode de încercare*
- SR EN 1985:2001 *Mijloace ajutătoare pentru mers. Cerințe generale și metode de încercare*
- SR EN 20594-1:2003 *Asamblări conice 6% (Luer) pentru seringi și ace și pentru alte aparate de uz medical. Partea 1: Condiții generale*
- SR EN 20594-1:2003/A1:2003 *Asamblări conice 6% (Luer) pentru seringi și ace și pentru alte aparate de uz medical. Partea 1: Cerințe generale*
- SR EN 27740:2003 *Instrumente chirurgicale, bisturie cu lame detașabile, dimensiuni pentru fitinguri*
- SR EN 27740:2003/A1:2003 *Instrumente chirurgicale, bisturie cu lame detașabile, dimensiuni pentru fitinguri*
- SR EN 30993-6:1998 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 6: Teste pentru efecte locale după implantare*
- SR EN 375:2003 *Informații furnizate de producător privind reactivii de diagnostic in vitro pentru uz profesional*
- SR EN 376:2003 *Informații furnizate de producător privind reactivii de diagnostic in vitro pentru autotestare*
- SR EN 455-1:2003 *Mănuși medicale de unică utilizare. Partea 1: Detectarea găurilor. Prescripții și încercări*
- SR EN 455-2:2003 *Manuși medicale de unică utilizare. Partea 2: Cerințe și metode de încercare a proprietăților fizice*
- SR EN 455-3:2003 *Mănuși medicale de unică utilizare. Partea 3: Cerințe și încercări pentru evaluarea biologică*
- SR EN 46003:2001 *Sistemele calității. Dispozitive medicale. Cerințe particulare pentru aplicarea EN ISO 9003*
- SR EN 550:1997 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Validare și control de rutină pentru sterilizarea cu oxid de etilenă*
- SR EN 554:2003 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Validare și control de rutină pentru sterilizarea cu caldură umedă*
- SR EN 556-1:2003 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitivele medicale etichetate "steril". Partea 1: Cerințe pentru dispozitivele medicale sterilizate în fază finală*
- SR EN 556-2:2004 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitivele medicale etichetate STERIL. Partea 2: Cerințe pentru dispozitivele medicale procesate aseptice*
- SR EN 591:2003 *Instrucțiuni pentru utilizarea instrumentelor de diagnostic in vitro de uz profesional*
- SR EN 592:2003 *Instrucțiuni de utilizare a instrumentelor de diagnostic in vitro pentru autotestare*
- SR EN 60118-13:2003 *Aparate de corecție auditivă. Partea 13: Compatibilitate electromagnetică (CEM)*
- SR EN 60118-13:2006 *Electroacustică. Aparate de corecție auditivă. Partea 13: Compatibilitate electromagnetică*

SR EN 60522:2004 *Determinarea filtrării permanente a ansamblurilor de tub cupolă*

SR EN 60580:2004 *Aparate electromedicale. Aparate de măsurare a produsului debit de doză-suprafață*

SR EN 60601-1+A1+A2+A13:2001 *Aparate electromedicale. Partea 1: Cerințe generale de securitate*

SR EN 60601-1-1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 1-1: Cerințe generale de securitate. Standard colateral: Cerințe de securitate pentru sisteme electromedicale*

SR EN 60601-1-2:2003 *Aparatură electromedicală. Partea 1-2: Cerințe generale de securitate. Standard colateral: Compatibilitate electromagnetică. Cerințe și încercări*

SR EN 60601-1-3:2003 *Aparate electromedicale. Partea 1-3: Cerințe generale de securitate. 3 Standard colateral: Cerințe generale pentru protecția împotriva radiației la aparatele de diagnostic cu radiații X*

SR EN 60601-1-4:2002 *Aparate electromedicale. Partea 1: Cerințe generale de securitate. 4 Standard colateral: Sisteme electromedicale programabile*

SR EN 60601-1-4:2002/A1:2002 *Aparate electromedicale. Partea 1-4: Cerințe generale de securitate. Standard colateral: Sisteme electromedicale programabile*

SR EN 60601-2-1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-1: Cerințe particulare de securitate pentru acceleratoare de electroni în domeniul de la 1 MeV până la 50 MeV*

SR EN 60601-2-1:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-1: Cerințe particulare de securitate pentru acceleratoare de electroni în domeniul de la 1 MeV până la 50 MeV*

SR EN 60601-2-10:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-10: Cerințe particulare de securitate pentru stimuloare de nervi și mușchi*

SR EN 60601-2-10:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-10: Cerințe particulare de securitate pentru stimuloare de nervi și mușchi*

SR EN 60601-2-11:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-11: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de terapie cu radiații gama*

SR EN 60601-2-11:2003/A1:2005 *Aparate electromedicale. Partea 2-11: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de terapie cu radiații gama*

SR EN 60601-2-16:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-16: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de hemodializă, hemodiafiltrare și hemofiltrare*

SR EN 60601-2-17:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-17: Cerințe particulare de securitate pentru echipamente acționate de la distanță cu comandă automată, utilizate în brahiterapie cu radiații gama*

SR EN 60601-2-17:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-17: Cerințe particulare de securitate pentru echipamente acționate de la distanță cu comandă automată, utilizate în brahiterapie cu radiații gama*

SR EN 60601-2-17:2004 *Aparate electromedicale. Partea 2-17: Cerințe particulare de securitate pentru echipamente cu control automat, utilizate în brahiterapie*

SR EN 60601-2-18:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-18: Cerințe particulare de securitate ale echipamentelor pentru endoscopie*

SR EN 60601-2-18:2003/A1:2004 *Aparate electromedicale. Partea 2-18: Cerințe particulare de securitate ale echipamentelor pentru endoscopie*

SR EN 60601-2-19:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-19: Cerințe particulare de securitate ale incubatoarelor pentru nou născuți*

SR EN 60601-2-19:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-19: Cerințe particulare de securitate ale incubatoarelor pentru nou născuți*

SR EN 60601-2-2:2001 *Aparate electromedicale. Partea 2-2: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de electrochirurgie cu curenți de înaltă frecvență*

SR EN 60601-2-20:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-20: Cerințe particulare de securitate pentru incubatoare de transport*

- SR EN 60601-2-21:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-21: Cerințe particulare de securitate ale sistemelor de încălzire cu suprafață radiantă pentru nou născuți*
- SR EN 60601-2-21:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-21: Cerințe particulare de securitate ale sistemelor de încălzire cu suprafață radiantă pentru nou născuți*
- SR EN 60601-2-22:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-22: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de diagnostic și de tratament cu laser*
- SR EN 60601-2-23:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-23: Cerințe particulare de securitate și performanțe esențiale ale aparatelor de monitorizare a presiunii parțiale transcutanate*
- SR EN 60601-2-24:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-24: Cerințe particulare de securitate ale pompelor de perfuzie și dispozitivelor de reglare a perfuziei*
- SR EN 60601-2-25+A1:2001 *Aparate electromedicale. Partea 2-25: Cerințe particulare de securitate pentru electrocardiografe*
- SR EN 60601-2-26:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-26: Cerințe particulare de securitate pentru electroencefalografe*
- SR EN 60601-2-26:2004 *Aparate electromedicale. Partea 2-26: Cerințe particulare de securitate pentru electroencefalografe*
- SR EN 60601-2-27:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-27: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de monitorizare electrocardiografică*
- SR EN 60601-2-28:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-28: Cerințe particulare de securitate pentru ansambluri cu surse de radiații X și cu tuburi de radiații X pentru diagnostic medical*
- SR EN 60601-2-29:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-29: Cerințe particulare de securitate pentru simulatoare de radioterapie*
- SR EN 60601-2-3:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-3: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de terapie cu unde scurte*
- SR EN 60601-2-3:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-3: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de terapie cu unde scurte*
- SR EN 60601-2-30:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-30: Cerințe particulare de securitate și performanțe esențiale ale aparatelor de monitorizare a presiunii sanguine măsurate neinvaziv, automat și periodic*
- SR EN 60601-2-31:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-31: Cerințe particulare de securitate pentru stimulatoare cardiace externe cu sursă de alimentare internă*
- SR EN 60601-2-31:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-31: Cerințe particulare de securitate pentru stimulatoare cardiace externe cu sursă de alimentare internă*
- SR EN 60601-2-32:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-32: Cerințe particulare de securitate pentru echipamente asociate echipamentelor cu radiații X*
- SR EN 60601-2-33:2004 *Aparate electromedicale. Partea 2-33: Cerințe particulare de securitate pentru aparate cu rezonanță magnetică utilizate pentru diagnostic medical*
- SR EN 60601-2-34:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-34: Cerințe particulare de securitate, incluzând performanțele de bază, pentru aparate de monitorizare invazivă a presiunii sanguine*
- SR EN 60601-2-35:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-35: Cerințe particulare de securitate pentru paturi, perne și saltele destinate încălzirii pacienților în utilizări medicale*
- SR EN 60601-2-36:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-36: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de litotriție extracorporală*

- SR EN 60601-2-37:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-37: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de diagnostic medical și aparate de monitorizare cu ultrasunete*
- SR EN 60601-2-37:2003/A1:2005 *Aparate electromedicale. Partea 2-37: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de diagnostic medical și aparate de monitorizare cu ultrasunete*
- SR EN 60601-2-38:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-38: Cerințe particulare de securitate pentru paturile de spital acționate electric*
- SR EN 60601-2-38:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-38: Cerințe particulare de securitate pentru paturile de spital acționate electric*
- SR EN 60601-2-39:2002 *Aparate electromedicale. Partea 2-39: Cerințe particulare de securitate pentru aparatele de dializă peritoneală*
- SR EN 60601-2-4:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-4: Cerințe particulare de securitate pentru defibrilatoarele cardiace*
- SR EN 60601-2-40:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-40: Cerințe particulare de securitate pentru electromiografe și aparate pe bază de potențiale evocate*
- SR EN 60601-2-41:2004 *Aparate electromedicale. Partea 2-41: Cerințe particulare de securitate pentru corpuri de iluminat chirurgicale și corpuri de iluminat pentru diagnostic*
- SR EN 60601-2-43:2004 *Aparate electromedicale. Partea 2-43: Cerințe particulare de securitate ale aparatelor cu radiații X pentru proceduri intervenționale*
- SR EN 60601-2-44:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-44: Cerințe particulare de securitate pentru aparate cu radiații X pentru tomografie computerizată*
- SR EN 60601-2-44:2003/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-44: Cerințe particulare de securitate pentru aparate cu radiații X pentru tomografie computerizată*
- SR EN 60601-2-45:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-45: Cerințe particulare de securitate ale aparatelor radiologice pentru mamografie și ale dispozitivelor stereotactice pentru mamografie*
- SR EN 60601-2-46:2002 *Aparate electromedicale. Partea 2-46: Cerințe particulare de securitate pentru mesele de operație*
- SR EN 60601-2-47:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-47: Cerințe particulare de securitate, inclusiv performanțe esențiale, pentru sisteme de electrocardiografie ambulatorie*
- SR EN 60601-2-49:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-49: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de monitorizare multifuncțională a pacienților*
- SR EN 60601-2-5:2004 *Aparate electromedicale. Partea 2-5: Cerințe particulare de securitate ale aparatelor cu ultrasunete pentru fizioterapie*
- SR EN 60601-2-50:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-50: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de fototerapie infantilă*
- SR EN 60601-2-51:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-51: Cerințe particulare de securitate, inclusiv performanțe esențiale, pentru electrocardiografe cu înregistrare și analizare mono și multicanal*
- SR EN 60601-2-7:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-7: Cerințe particulare de securitate pentru generatoarele de înaltă tensiune ale generatoarelor de radiații X pentru diagnostic*
- SR EN 60601-2-8:2002 *Aparate electromedicale. Partea 2-8: Cerințe particulare de securitate pentru echipamentele de terapie cu radiații X care funcționează în domeniul de la 10 kV până la 1 MV*

- SR EN 60601-2-8:2002/A1:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-8: Cerințe particulare de securitate pentru aparate de terapie cu radiații X care funcționează în domeniul de la 10 kV până la 1 MV*
- SR EN 60601-2-9:2003 *Aparate electromedicale. Partea 2-9: Cerințe particulare de securitate pentru dozimetre în contact cu pacientul, cu detectoare de radiații conectate electric, utilizate în radioterapie*
- SR EN 60627:2003 *Aparate de diagnostic prin imagistica cu radiații X. Caracteristici ale grilelor antidifuzante pentru uz general și pentru mamografie*
- SR EN 60645-1:2003 *Electroacustică. Echipamente audiologice. Partea 1: Audiometre tonale*
- SR EN 60645-2:2003 *Audiometre. Partea 2: Aparat pentru audiometrie vocală*
- SR EN 60645-3:2003 *Audiometre. Partea 3: Semnale de scurtă durată pentru încercări audiometrice și oto-neurologice*
- SR EN 60645-4:2003 *Audiometre. Partea 4: Echipamente pentru audiometria extinsă la domeniul frecvențelor ridicate*
- SR EN 61217:2001 *Echipamente de radioterapie. Coordonate, mișcări și scale*
- SR EN 61217:2001/A1:2004 *Echipamente pentru radioterapie. Coordonate, mișcări și scări*
- SR EN 61223-3-1:2004 *Încercări de evaluare și de rutină în serviciile de imagistică medicală. Partea 3-1: Încercări de recepție. Performanța imagistică a aparatelor cu radiații X pentru sisteme de radiografie și radioscopie*
- SR EN 61223-3-4:2003 *Încercări de evaluare și de rutină în serviciile de imagistică medicală. Partea 3-4: Încercări de recepție. Performanța imagistică în aparatura dentară cu radiații X*
- SR EN 61676:2004 *Aparate electromedicale. Instrumente dozimetrice utilizate pentru măsurări neinvazive a tensiunii tubului cu radiații X în radiologia de diagnostic*
- SR EN 62083:2003 *Aparate electromedicale. Cerințe de securitate pentru sistemele de planificare a tratamentului în radioterapie*
- SR EN 62220-1:2004 *Aparate electromedicale. Caracteristicile aparatelor imagistice cu radiații X digitale. Partea 1: Determinarea eficienței cuantice de detecție*
- SR EN 737-1:2003 *Sisteme de distribuție de gaze medicale. Partea 1: Unități terminale pentru gaze medicale comprimate și vacuum*
- SR EN 737-2:2003 *Sisteme de distribuție de gaze medicale. Partea 2: Sisteme finale de evacuare a gazelor anestezice. Cerințe fundamentale*
- SR EN 737-2:2003/A1:2003 *Sisteme de distribuție de gaze medicale. Partea 2: Sisteme finale de evacuare a gazelor anestezice. Cerințe fundamentale*
- SR EN 737-3:2003 *Sisteme de distribuție de gaze medicale. Partea 3: Sisteme de distribuție pentru gaze medicale comprimate și vid (aspirație)*
- SR EN 737-3:2003/A1:2003 *Sisteme de distribuție de gaze medicale. Partea 3: Sisteme de distribuție pentru gaze medicale comprimate și vid (aspirație)*
- SR EN 737-4:2003 *Sisteme de distribuție de gaze medicale. Partea 4: Unități terminale pentru sisteme de evacuare de gaze anestezice*
- SR EN 738-4:2003 *Reglatoare de presiune pentru utilizarea cu gaze medicale. Partea 4: Reglatoare de joasă presiune destinate echipamentelor medicale*
- SR EN 738-4:2003/A1:2003 *Reglatoare de presiune utilizate pentru gaze de uz medical. Partea 4: Reglatoare de joasă presiune incluse într-un echipament medical*
- SR EN 739:2003 *Racorduri flexibile la presiune scăzută pentru utilizare cu gaze medicale*

SR EN 739:2003/A1:2003 *Racorduri flexibile de joasă presiune utilizate pentru gaze de uz medical*

SR EN 740:2003 *Sisteme de anestezie și modulele lor. Cerințe particulare*

SR EN 740:2003/A1:2004 *Sisteme de anestezie și modulele lor. Reguli particulare*

SR EN 740:2003/AC:2003 *Sisteme de anestezie și modulele lor. Cerințe particulare*

SR EN 794-1:2003 *Ventilatoare pulmonare. Partea 1: Cerințe particulare pentru ventilatoarele pentru îngrijiri critice*

SR EN 794-1/A1:2002 *Ventilatoare pulmonare. Partea 1: Cerințe particulare ale ventilatoarelor pentru îngrijire în situații critice*

SR EN 794-3:2003 *Ventilatoare pulmonare. Partea 3: Cerințe particulare pentru ventilatoarele pentru urgențe și transport*

SR EN 794-3:2003/A1:2005 *Ventilatoare pulmonare. Partea 3: Cerințe particulare pentru ventilatoarele pentru urgențe și transport*

SR EN 867-3:2003 *Sisteme nebiologice pentru utilizare în sterilizatoare. Partea 3: Specificație pentru indicatorii de Clasa B utilizați în testul Bowie și Dick*

SR EN 980:2003 *Simboluri grafice utilizate pentru etichetarea dispozitivelor medicale*

SR EN ISO 10079-1:2003 *Aspiratoare medicale. Partea 1: Aspiratoare medicale acționate electric. Cerințe de securitate*

SR EN ISO 10079-2:2003 *Aspiratoare medicale. Partea 2: Aspiratoare medicale acționate manual*

SR EN ISO 10079-3:2003 *Aspiratoare medicale. Partea 3: Aspiratoare medicale acționate printr-o sursă de vacuum sau de presiune*

SR EN ISO 10524-1:2006 *Regulatoare de presiune pentru gaze medicale. Partea 1: Regulatoare de presiune și regulatoare de presiune cu debitmetre*

SR EN ISO 10524-2:2006 *Regulatoare de presiune pentru gaze medicale. Partea 2: Regulatoare de presiune pentru distribuitoare și rețea*

SR EN ISO 10524-3:2006 *Regulatoare de presiune pentru gaze medicale. Partea 3: Regulatoare de presiune integrate în robinetele buteliilor de gaz*

SR EN ISO 10535:2000 *Elevatoare pentru transferul persoanelor cu deficiențe. Cerințe și metode de încercare*

SR EN ISO 10555-1:2003 *Catetere intravasculare sterile, de unică utilizare. Partea 1: Cerințe generale*

SR EN ISO 10555-1:2003/A1:2003 *Catetere intravasculare sterile, de unică utilizare. Partea 1: Cerințe generale*

SR EN ISO 10555-1:2003/A2:2004 *Catetere intravasculare sterile, de unică utilizare. Partea 1: Cerințe generale*

SR EN ISO 10651-2:2005 *Ventilatoare pulmonare pentru uz medical. Cerințe particulare pentru securitatea primară și performanțe esențiale. Partea 2: Ventilatoare pentru îngrijire la domiciliu pentru pacienți dependenți de ventilator*

SR EN ISO 10651-4:2003 *Ventilatoare pulmonare. Partea 4: Cerințe particulare pentru resuscitatori acționați manual*

SR EN ISO 10651-6:2005 *Ventilatoare pulmonare pentru uz medical. Cerințe particulare pentru securitatea primară și performanțe esențiale. Partea 6: Dispozitive de asistență respiratorie la domiciliu*

SR EN ISO 10993-1:2004 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 1: Evaluare și testare*

SR EN ISO 10993-10:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 10: Teste de iritare și de hipersensibilitate cu efect retard*

SR EN ISO 10993-11:1998 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 11: Teste pentru toxicitate sistemică*



- SR EN ISO 10993-12:2005 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 12: Prepararea eșantioanelor și a materialelor de referință*
- SR EN ISO 10993-13:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 13: Identificare și cuantificare a produselor de degradare din dispozitive medicale pe bază de polimeri*
- SR EN ISO 10993-14:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 14: Identificarea și cuantificarea produselor de degradare din ceramică*
- SR EN ISO 10993-15:2002 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 15: Identificare și cuantificare a produșilor de degradare din metale și aliaje*
- SR EN ISO 10993-16:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 16: Proiectarea studiilor toxicocinetice pentru produse de degradare și substanțe extractibile*
- SR EN ISO 10993-17:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 17: Stabilirea limitelor admisibile pentru substanțe extractibile*
- SR EN ISO 10993-18:2006 *Evaluare biologică a dispozitivelor medicale. Partea 18: Caracterizare chimică a materialelor*
- SR EN ISO 10993-3:2004 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 3: Teste pentru genotoxicitate, carcinogenitate și toxicitate asupra funcției de reproducere*
- SR EN ISO 10993-4:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 4: Selectarea testelor pentru interacțiunile cu sângele*
- SR EN ISO 10993-5:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 5: Teste pentru citotoxicitate in vitro*
- SR EN ISO 10993-7:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 7: Reziduuri de sterilizare cu oxid de etilenă*
- SR EN ISO 10993-9:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 9: Cadru pentru identificarea și cuantificarea produșilor potențiali de degradare*
- SR EN ISO 11137-1:2006 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Iadiere. Partea 1: Cerințe pentru implementare, validare și control de rutină pentru procesul de sterilizare a dispozitivelor medicale*
- SR EN ISO 11137-2:2006 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Iradiere. Partea 2: Stabilire doză de sterilizare*
- SR EN ISO 11140-1:2006 *Sterilizarea produselor de îngrijire a sănătății. Indicatori chimici. Partea 1: Cerințe generale*
- SR EN ISO 11197:2005 *Unități medicale de alimentare*
- SR EN ISO 11607-1:2006 *Ambalaje pentru dispozitive medicale sterilizate. Partea 1: Cerințe pentru materiale, sisteme de bariere sterile și sisteme de ambalare*
- SR EN ISO 11607-2:2006 *Ambalaje pentru dispozitive medicale sterilizate. Partea 2: Cerințe de validare pentru procese de dimensionare, sigilare și asamblare*
- SR EN ISO 11737-1:2006 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Metode microbiologice. Partea 1: Determinarea populației de microorganisme pe produs*
- SR EN ISO 11990:2004 *Optică și instrumente optice. Laseri și echipamente asociate laserilor. Determinarea rezistenței la laser a trunchiurilor tuburilor traheice*
- SR EN ISO 12870:2005 *Optică oftalmică. Rame de ochelari. Cerințe și metode de încercare*
- SR EN ISO 13485:2004 *Dispozitive medicale. Sisteme de management al calității. Cerințe pentru scopuri de reglementare*
- SR EN ISO 14155-1:2003 *Investigația clinică a dispozitivelor medicale pentru subiecți umani. Partea 1: Cerințe generale*
- SR EN ISO 14155-2:2004 *Investigația clinică a dispozitivelor medicale pentru subiecți umani. Partea 2: Planuri de investigație clinică*

- SR EN ISO 14160:2003 *Sterilizarea dispozitivelor medicale de unică utilizare cu conținut de materiale de origine animală. Validare și control de rutină a sterilizării prin agenți de sterilizare chimici lichizi*
- SR EN ISO 14408:2005 *Tuburi traheale pentru chirurgie laser. Cerințe pentru marcaj și informații însoțitoare*
- SR EN ISO 14534:2003 *Optică oftalmică. Lentile de contact și produse pentru întreținerea lentilelor de contact. Cerințe fundamentale*
- SR EN ISO 14602:2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Implanturi pentru osteosinteză. Cerințe particulare*
- SR EN ISO 14630:2005 *Implanturi chirurgicale neactive. Cerințe generale*
- SR EN ISO 14889:2004 *Optică oftalmică. Lentile de ochelari. Cerințe fundamentale pentru lentilele finisate, nedebordate*
- SR EN ISO 14937:2003 *Sterilizarea produselor medicale pentru îngrijirea sănătății. Cerințe generale pentru caracterizarea agentului de sterilizare, desfășurarea, validarea și controlul de rutină al proceselor de sterilizare pentru dispozitivele medicale*
- SR EN ISO 14971:2003 *Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale*
- SR EN ISO 14971:2003/A1:2003 *Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale. Amendamentul 1: Justificarea cerințelor*
- SR EN ISO 15001:2004 *Echipament de anestezie și reanimare respiratorie. Compatibilitate cu oxigenul*
- SR EN ISO 15225:2002 *Nomenclatură. Specificații pentru un sistem de nomenclatură pentru dispozitive medicale, destinat schimbului de date de reglementare*
- SR EN ISO 15225:2002/A1:2004 *Nomenclator. Specificații pentru un sistem de nomenclatură pentru dispozitive medicale, destinat schimbului de date de reglementare. Amendament 1*
- SR EN ISO 15747:2005 *Recipiente de material plastic pentru injecții intravenoase*
- SR EN ISO 15883-1:2006 *Container dezinfectat. Partea 1: Cerințe generale, termeni, definiții și încercări*
- SR EN ISO 15883-2:2006 *Container dezinfectat. Partea 2: Cerințe și încercări pentru containere dezinfectate destinate dezinfecției termice a instrumentelor chirurgicale, a echipamentelor anestezice, a recipientelor, a instrumentelor și sticlăriei etc.*
- SR EN ISO 15883-3:2006 *Container dezinfectat. Partea 3: Cerințe și încercări pentru containere dezinfectate destinate dezinfecției termice a recipientelor cu dejecții umane*
- SR EN ISO 17510-1:2003 *Terapia respiratorie pentru apneea din timpul somnului. Partea 1: Dispozitive de terapie respiratorie pentru apneea din timpul somnului*
- SR EN ISO 17510-2:2003 *Terapia respiratorie pentru apneea din timpul somnului. Partea 2: Maști și accesorii terapeutice*
- SR EN ISO 17664:2004 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Informații furnizate de producători pentru procesul de reesterilizare a dispozitivelor medicale*
- SR EN ISO 18777:2005 *Sisteme de transport oxigen lichid pentru uz medical. Cerințe particulare*
- SR EN ISO 18778:2005 *Echipe respiratorii. Monitoare pentru copii. Cerințe particulare*
- SR EN ISO 18779:2005 *Dispozitiv medical pentru conservarea oxigenului și amestecului de oxigen. Cerințe particulare*
- SR EN ISO 21647:2005 *Echipament electromedical. Cerințe particulare pentru securitate și performanțe de bază ale monitoarelor cu gaz pentru respirație*

SR EN ISO 21647:2005/AC:2006 *Echipament electromedical. Cerințe particulare pentru securitate și performanțe de bază ale monitoarelor cu gaz pentru respirație*

SR EN ISO 22612:2005 *Îmbrăcăminte de protecție împotriva agenților infecțioși. Metodă de încercare a rezistenței la penetrarea uscată a microbilor*

SR EN ISO 4074:2003 *Prezervative din latex de cauciuc natural. Cerințe și metode de încercare*

SR EN ISO 4135:2003 *Echipament de anestezie și reanimare respiratorie. Vocabular*

SR EN ISO 5356-1:2004 *Echipament pentru anestezie și reanimare respiratorie. Racorduri conice. Partea 1: Racorduri tată și mamă*

SR EN ISO 5366-1:2005 *Echipamente de anestezie și respirație. Tuburi de traheostomie. Partea 1: Tuburi și conectoare pentru adulți*

SR EN ISO 5840:2006 *Implanturi chirurgicale. Proteze pentru valve cardiace*

SR EN ISO 7376:2004 *Echipamente de anestezie și respirație. Laringoscoape pentru intubație traheală*

SR EN ISO 7439:2003 *Dispozitive contraceptive intrauterine cu fir de cupru. Cerințe, încercări*

SR EN ISO 7886-3:2005 *Seringi hipodermice sterile de unică utilizare. Partea 3: Seringi autoblocante pentru vaccin cu doză fixă*

SR EN ISO 8185:2003 *Umidificatoare medicale. Cerințe generale pentru sistemele de umidificare*

SR EN ISO 8359:2001 *Concentratoarele de oxigen pentru uz medical. Cerințe de securitate*

SR EN ISO 8835-4:2005 *Sisteme de anestezie prin inhalare. Partea 4: Dispozitive de alimentare cu vapori pentru anestezie*

SR EN ISO 8835-4:2005/AC:2006 *Sisteme de anestezie prin inhalare. Partea 4: Dispozitive de alimentare cu vapori pentru anestezie*

SR EN ISO 8835-5:2004 *Sisteme de anestezie prin inhalare. Partea 5: Ventilatoare de anestezie*

SR EN ISO 8835-5:2004/AC:2005 *Sisteme de anestezie prin inhalare. Partea 5: Ventilatoare de anestezie*

SR EN ISO 8835-5:2004/AC:2006 *Sisteme de anestezie prin inhalare. Partea 5: Ventilatoare de anestezie*

SR EN ISO 9360-1:2002 *Echipament de anestezie și de reanimare respiratorie. Schimbătoare de caldură și umiditate (HMEs) pentru umidificarea gazelor respirate de ființe umane. Partea 1: HMEs pentru utilizare cu volume de aer pentru respirat de minimum 250 ml*

SR EN ISO 9360-2:2003 *Echipament de anestezie și reanimare respiratorie. Schimbătoare de caldură și umiditate (HMEs) pentru umidificarea gazelor respirate de ființe umane. Partea 2: HMEs cu volume de aer pentru respirat de minimum 250 ml pentru pacienți cu traheostomie*

SR EN ISO 9713:2004 *Implanturi neurochirurgicale. Pense intracraniene pentru anevrisme cu autostrângere*

SR EN ISO 9919:2005 *Echipamente electromedicale. Cerințe particulare de securitate și performanțe esențiale ale pulsoximetrelor pentru utilizare medicală*

Lista standardelor armonizate adoptate ca SR EN sub incidența directivei 98/79/EC *In Vitro Diagnostic Medical Devices*, în conformitate cu OJ C 216 din 2006-09-07.

SR EN 12286:2003 *Dispozitive medicale pentru diagnostic in vitro. Măsurarea cantităților în probele de origine biologică. Prezentarea procedurilor de măsurare de referință*

SR EN 12286:2003/A1:2003 *Dispozitive medicale pentru diagnostic in vitro. Măsurarea cantităților în probele de origine biologică. Prezentarea procedurilor de măsurare de referință*

SR EN 12287:2003 *Dispozitive medicale de diagnostic in vitro. Măsurarea mărimilor în eșantionare de origine biologică. Descrierea materialelor de referință*

SR EN 12322:2003 *Dispozitive medicale pentru diagnostic in vitro. Medii de cultură pentru microbiologie. Criterii de performanță pentru medii de cultură*

SR EN 12322:2003/A1:2003 *Dispozitive medicale de diagnostic in vitro. Mediu de cultură pentru microbiologie. Criterii de performanță pentru mediile de cultură*

SR EN 13532:2003 *Cerințe generale pentru dispozitivele medicale de diagnostic in vitro pentru autotestare*

SR EN 13612:2003 *Evaluarea performanțelor. Dispozitivele medicale de diagnosticare in vitro*

SR EN 13640:2003 *Încercări de stabilitate a reactivilor pentru diagnostic in vitro*

SR EN 13641:2003 *Eliminarea sau reducerea riscului de infecție asociat reactivilor de diagnostic in vitro*

SR EN 13975:2003 *Proceduri de esantionare utilizate pentru încercările de acceptanță a dispozitivelor medicale de diagnostic in vitro. Aspecte statistice*

SR EN 14254:2004 *Dispozitive medicale pentru diagnostic in vitro. Recipiente de unică utilizare pentru prelevare de probe umane, altele decât sângele*

SR EN 14820:2005 *Recipiente de unică folosință pentru prelevări de sânge uman venos*

SR EN 375:2003 *Informații furnizate de producător privind reactivii de diagnostic in vitro pentru uz profesional*

SR EN 376:2003 *Informații furnizate de producător privind reactivii de diagnostic in vitro pentru autotestare*

SR EN 556-1:2003 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitivele medicale etichetate "steril". Partea 1: Cerințe pentru dispozitivele medicale sterilizate în fază finală*

SR EN 591:2003 *Instrucțiuni pentru utilizarea instrumentelor de diagnostic in vitro de uz profesional*

SR EN 592:2003 *Instrucțiuni de utilizare a instrumentelor de diagnostic in vitro pentru autotestare*

SR EN 61010-2-101:2003 *Reguli de securitate pentru echipamentul electric de măsurare, de control și de laborator. Partea 2-101: Cerințe particulare pentru aparatele medicale de diagnostic in vitro (IVD)*

SR EN 980:2003 *Simboluri grafice utilizate pentru etichetarea dispozitivelor medicale*

SR EN ISO 13485:2004 *Dispozitive medicale. Sisteme de management al calității. Cerințe pentru scopuri de reglementare*

SR EN ISO 14937:2003 *Sterilizarea produselor medicale pentru îngrijirea sănătății. Cerințe generale pentru caracterizarea agentului de sterilizare, desfășurarea,*

*validarea și controlul de rutină al proceselor de sterilizare pentru dispozitivele medicale*

SR EN ISO 14971:2003 *Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale*

SR EN ISO 14971:2003/A1:2003 *Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale. Amendamentul 1: Justificarea cerințelor*

SR EN ISO 15197:2004 *Sisteme pentru încercări de diagnostic in vitro. Cerințe referitoare la sistemele de monitorizare a glicemiei prin autotest în gestionarea diabetului zaharat*

SR EN ISO 15225:2002 *Nomenclatură. Specificații pentru un sistem de nomenclatură pentru dispozitive medicale, destinat schimbului de date de reglementare*

SR EN ISO 17511:2004 *Dispozitive medicale de diagnostic in vitro. Măsurători ale mărimilor în probele de origine biologică. Trasabilitatea metrologică a valorilor atribuite calibratorilor și materialelor de control*

SR EN ISO 18153:2004 *Dispozitive medicale de diagnostic in vitro. Măsurarea mărimii în eșantionare biologice. Trasabilitatea metrologică a valorilor pentru concentrația catalitică de enzime atribuită calibratorilor și materialelor de control*

Lista standardelor armonizate adoptate ca SR EN sub incidența directivei: 90/385/EEC *Active implantable Medical Devices*, în conformitate cu OJ C 216 din 2006-09-07.

SR EN 1041:2003 *Informații furnizate de producători împreună cu dispozitivele medicale*

SR EN 13824:2005 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Tratarea aseptică a dispozitivelor medicale lichide. Cerințe*

SR EN 30993-6:1998 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 6: Teste pentru efecte locale după implantare*

SR EN 45502-1:2001 *Dispozitive medicale implantabile active. Partea 1: Cerințe generale de securitate, marcare și informații furnizate de producător*

SR EN 45502-2-1:2004 *Dispozitive medicale implantabile active. Partea 2-1: Cerințe particulare pentru dispozitivele medicale implantabile active pentru tratarea bradiaritmiei (stimulatoare cardace)*

SR EN 46003:2001 *Sistemele calității. Dispozitive medicale. Cerințe particulare pentru aplicarea EN ISO 9003*

SR EN 550:1997 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Validare și control de rutină pentru sterilizarea cu oxid de etilenă*

SR EN 554:2003 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Validare și control de rutină pentru sterilizarea cu caldură umedă*

SR EN 556-1:2003 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitivele medicale etichetate "steril". Partea 1: Cerințe pentru dispozitivele medicale sterilizate în fază finală*

SR EN 556-2:2004 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitivele medicale etichetate STERIL. Partea 2: Cerințe pentru dispozitivele medicale procesate aseptice*

SR EN 60601-1+A1+A2+A13:2001 *Aparate electromedicale. Partea 1: Cerințe generale de securitate*

SR EN 980:2003 *Simboluri grafice utilizate pentru etichetarea dispozitivelor medicale*

SR EN ISO 10993-1:2004 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 1: Evaluare și testare*

SR EN ISO 10993-10:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 10: Teste de iritare și de hipersensibilitate cu efect retard*

SR EN ISO 10993-11:1998 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 11: Teste pentru toxicitate sistemică*

SR EN ISO 10993-12:2005 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 12: Prepararea eșantioanelor și a materialelor de referință*

SR EN ISO 10993-13:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 13: Identificare și cuantificare a produselor de degradare din dispozitive medicale pe bază de polimeri*

SR EN ISO 10993-16:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 16: Proiectarea studiilor toxicocinetice pentru produse de degradare și substanțe extractibile*

SR EN ISO 10993-17:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 17: Stabilirea limitelor admisibile pentru substanțe extractibile*

SR EN ISO 10993-18:2006 *Evaluare biologică a dispozitivelor medicale. Partea 18: Caracterizare chimică a materialelor*

SR EN ISO 10993-4:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 4: Selectarea testelor pentru interacțiunile cu sângele*

SR EN ISO 10993-5:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 5: Teste pentru citotoxicitate in vitro*

SR EN ISO 10993-9:2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 9: Cadru pentru identificarea și cuantificarea produșilor potențiali de degradare*

SR EN ISO 11137-1:2006 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Iadiere. Partea 1: Cerințe pentru implementare, validare și control de rutină pentru procesul de sterilizare a dispozitivelor medicale*

SR EN ISO 11137-2:2006 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Iradiere. Partea 2: Stabilire doză de sterilizare*

SR EN ISO 11140-1:2006 *Sterilizarea produselor de îngrijire a sănătății. Indicatori chimici. Partea 1: Cerințe generale*

SR EN ISO 11607-1:2006 *Ambalaje pentru dispozitive medicale sterilizate. Partea 1: Cerințe pentru materiale, sisteme de bariere sterile și sisteme de ambalare*

SR EN ISO 11737-1:2006 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Metode microbiologice. Partea 1: Determinarea populației de microorganisme pe produs*

SR EN ISO 13485:2004 *Dispozitive medicale. Sisteme de management al calității. Cerințe pentru scopuri de reglementare*

SR EN ISO 14155-1:2003 *Investigația clinică a dispozitivelor medicale pentru subiecți umani. Partea 1: Cerințe generale*

SR EN ISO 14155-2:2004 *Investigația clinică a dispozitivelor medicale pentru subiecți umani. Partea 2: Planuri de investigație clinică*

SR EN ISO 14971:2003 *Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale*

SR EN ISO 14971:2003/A1:2003 *Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale. Amendamentul 1: Justificarea cerințelor*

## **Anexa 4**

Lista cu standarde ISO de încercare ale implanturilor chirurgicale.

- ISO 14242-1:2007 *Implants for surgery - Wear of total hip-joint prostheses - Part 1: Loading and displacement parameters for wear-testing machines and corresponding environmental conditions for test*
- ISO 14242-2:2005 *Implants for surgery - Wear of total hip-joint prostheses - Part 2: Methods of measurement*
- ISO/CD 14242-3:2006 *Implants for surgery - Wear of total hip-joint prostheses - Part 3: Loading and displacement parameters for orbital bearing type wear testing machines and corresponding environmental conditions for test*
- ISO 14243-1:2003 *Implants for surgery - Wear of total knee-joint prostheses - Part 1: Loading and displacement parameters for wear-testing machines with load control and corresponding environmental conditions for test*
- ISO 14243-2:2003 *Implants for surgery - Wear of total knee-joint prostheses - Part 2: Methods of measurement*
- ISO 14243-3:2004 *Implants for surgery - Wear of total knee-joint prostheses - Part 3: Loading and displacement parameters for wear-testing machines with displacement control and corresponding environmental conditions for test*
- ISO/DIS 16402:2007 *Implants for surgery - Acrylic resin cements - Flexural fatigue testing of acrylic resin cements used in orthopaedics (sub dezvoltare)*
- ISO/DIS 18192-1:2007 *Implants for surgery - Wear of total intervertebral spinal disc prostheses - Part 1: Loading and displacement parameters for wear testing and corresponding environmental conditions for test (sub dezvoltare)*
- ISO 16428:2005 *Implants for surgery - Test solutions and environmental conditions for static and dynamic corrosion tests on implantable materials and medical devices*
- ISO 16429:2004 *Implants for surgery - Measurements of open-circuit potential to assess corrosion behaviour of metallic implantable materials and medical devices over extended time periods*
- ISO 15814:2004 *Implants for surgery - Copolymers and blends based on polylactide - In vitro degradation testing*



## **BIBLIOGRAFIE**

- [1] Albrektsson T., Branemark P.I., Hansson H.A., Lindstrom J., *Osseo-integrated titanium implants*, Acta Orthop. Scand., 52: 155-170, 1982
- [2] Ambrosio L., Netti P., Iannace S., Huang S.J., Nicolais L., *Composite hydrogels for intervertebral disc prostheses*, J. Mater. Sci. Mater. Med., 7: 251-4, 1996
- [3] Anderson J.M., Scoen F.J., Brown S.A., Merritt K., *Implant Retrieval and Evaluation*, in Biomaterials Science, An Introduction to Materials in Medicine, 2nd Edition, Elsevier Academic Press, 2004
- [4] Barrett R.D., Bishara S.E., Quinn J.K., *Biodegradation of orthodontic appliances, Part 1: Biodegradation of nickel and chromium in vitro*, Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop., 103: 8-14, 1993
- [5] Barrows R.G., Newkirk J.B., "Phase Equilibria in the Co-Cr-W System with Special Emphasis on the R-Phase", Metallography, pp. 5 15-54 1, Vol. 5, 1972
- [6] Beylveid D., Howells G.G., Longley D., *Heart valve ownership: legal, ethical and policy issues*, J. Heart Valve Dis., 4: S2-S5, 1995
- [7] Bjerregaard L., Geels K., Ottesen B., Ruckert M., *Metalog Guide*, Struers Tech A/S, Denmark, 1992
- [8] Blackwood D.J., Chooi S.K.M., *Stability of protective oxide films formed on porous titanium*, Corros. Sci., 44: 395-405, 2002
- [9] Blackwood D.J., Chua A.W.C., Seah K.W.H., Thampuran R., Teoh S.H., *Corrosion behavior of porous titanium-graphite composites designed for surgical implants*, Corros. Sci., 42: 481-503, 2000
- [10] Blackwood D.J., Peter L.M., Williams D.E., *Stability and open circuit breakdown of passive films on titanium*, Electrochim. Acta, 33: 1143-1149, 1988
- [11] Blackwood D.J., Seah K.H.W., Teoh S.H., *Corrosion of Metallic Implants*, In: Engineering Materials for Biomedical Applications, S.H. Teoh, Published by World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2004
- [12] Bloebaum R.D., Nelson K., Dorr L.D., Hoffman A., Lyman D.J., *Investigation of early surface delamination observed in retrieved hard-pressed tibial inserts*, Clin. Orthop., 269: 120-127, 1991
- [13] Borovetz H.S., Ramasamy N., Zerbe T.R., Partner P.M., *Evaluation of an implantable ventricular assist system for humans with chronic refractory heart failure. Device explant protocol*, ASAIO J., 41: 42-48, 1995
- [14] Breme H.J., Helsen J.A., *Selection of materials*, Metals as Biomaterials, Ed. Wiley and Sons, pp.1-35, 1998
- [15] Brown S.A., Flemming C.A.C., Kawalec J.S., Placko H.E., Vassaux C., Merritt C., Payer J.H., Kraay M.J., *Fretting accelerated crevice corrosion of modular hip tapers*, J. Appl. Biomater., 6: 19-26, 1995
- [16] Brown S.A., Merritt K., *Metal allergy and metallurgy, in: Implant Retrieval: Material and Biological Analysis*, NBS SP 601, Weinstein, Gibbons, Brown, Ruff (eds.), pp. 299-321, 1981
- [17] Buchanan R.A., Rigney E.D., Williams J.M., *Ion implantation of surgical Ti-6Al-4V for improved resistance to wear-accelerated corrosion*, J. Biomed. Mater. Res., 21:355-366, 1987

- [18] Bundy K.J., Desai V.H., *Studies of stress corrosion cracking susceptibility of type 316L stainless steel in-vitro*, in Corrosion and degradation of implant materials, 2nd symposium, eds. A. C. Fraker, C. D. Griffin, ATSM STP, 859:73-90, 1985
- [19] Cahoon J.R., Paxton H.W., *Metallurgical analysis of failed orthopaedic implants*, J. Biomed. Mater. Res., 2: 1-22, 1968
- [20] Charnley J., Kamangar A., Longfield M.D., *The optimum size of prosthetic heads in relation to the wear of plastic sockets in total replacement of the hip*, Med. Biol. Eng., 7: 31-39, 1969
- [21] Charnley J., *The reaction of bone to self-curing acrylic cement. A long-term histological study in men*, J. Bone Joint Surg., 53B: 340-353, 1970
- [22] Cheal E.J., Spector M., Hayes W.C., *Role of loads and prosthesis material properties on the mechanics of the proximal femur after total hip arthroplasty*, J. Orthop. Res., 10: 405-422, 1992
- [23] Christel P., Meunier A., Dorlot J.M., Crolet J.M., Witvolet J., Sedel L., Boritin P., *Biomechanical compatibility and design of ceramic implants for orthopedic surgery*, In Bioceramics: Material Characteristics versus In-Vivo Behavior, P., Ducheyne and J., Lemons, eds. Ann. N.Y. Acad. Sci., 523: 234, 1988
- [24] Cigada A., Rondelli G., Vicentini B., Brunella F., Dallaspesia G., Proc. of 185th Meeting, Electrochem. Soc., California, 1994
- [25] Ciolac S., E Vasilescu., Drob P., Popa M.V., Anghel M., *Long-term in vitro study of titanium and some titanium alloys used in surgical implants*, Rev. Chim., Bucharest, 51: 36-41, 2000
- [26] Ciomocaș F.D., *Rezistența materialelor în ingineria structurilor*, Partea I, Ediția a II-a, Editura Mirton, 2003
- [27] Colangelo V.J., Heiser F.A.: *Analysis of Metallurgical Failures*, John Wiley & Sons, New York, NY, 1974
- [28] Collier J.P., Suprenant V.A., Jensen R.E., Mayor M.B., *Corrosion at the interface of cobalt-alloy heads on titanium alloy stems*, Clin. Orthop., 271: 305-312, 1991
- [29] Collins J.A., *Failure of Materials in Mechanical Design; Analysis, Prediction and Prevention*, 2nd ed., John Wiley & Sons, 1993
- [30] Cook S.D., Barrack R.L., Thomas K.A., Haddad Jr. R.J., *Quantitative analysis of tissue growth into human porous total hip components*, J. Arthroplasty, 3: 249-262, 1988a
- [31] Cook S.D., Renz E.A., Barrack R.L., Thomas K.A., Harding A.F., Haddad R.J., Milicic M., *Clinical and metallurgical analysis of retrieved internal fixation devices*, Clin. Orthop., 184: 236-247, 1985
- [32] Cristofolini L., Viceconti M., Cappello, A., *Mechanical validation of whole bone composite femur models*, Journal of Biomechanics, no. 4, 1996
- [33] Dawson D.K., *Medical devices*, In Comprehensive Composite Materials, Vol. 6, A., Kelly, ed. Elsevier, pp. 1-32, 2000
- [34] De Smet K., *La prothese totale de hanche chez le sujet jeune*, Orthopaedic Forum, Trimonestriel, No 23 – Juin, 2000
- [35] De Stefano V., Finazii G., Mannucci P.M., *Inherited thrombophilia: pathogenesis, clinical syndromes and management*. Blood, 87: 3531-3544, 1996
- [36] Demetrescu I., Popescu B., *Aspects of Metallic Biomaterials Degradation in Various Simulated Biological Fluids*, in European Cells and Materials Vol. 5. Suppl. 1, pp. 7-9, 2003
- [37] **Demian C.**, Roșu R., Liță M., Răduță A., Locovei C., *Determinarea experimentală a stării de tensiuni la deformarea plastică la rece a titanului*,

- Conferința internațională *Integritatea structurală a construcțiilor sudate*, 08-09.11.2006, ISIM Timisoara, Romania, p. 68-74, 2006
- [38] Disegi J.A., *Anodizing treatments for titanium implants*, Proc. 161h South, Biomedical Eng. Conf., eds. J.D. Bumgardner and A.D. Pucknett, Institute of Electrical and Electronics Engineers, New York, pp.: 129-132, 1997
- [39] Drăgulescu D., **Demian C.**, Vida Simiti I., Răduță A., Prejbeanu R., *Some Defects in an Orthopedic Implant*, International Conference on Biomaterials & Medical Devices, BimMed'2006, Conference proceeding, Abstract Volume, November, 9-11<sup>th</sup>, Iași, Romania, p. 177, 2006
- [40] Drăgulescu D., **Demian C.**, Vida Simiti I., Răduță A., Prejbeanu R., *Some Defects in an Orthopedic Implant*, International Conference on Biomaterials & Medical Devices, BimMed'2006, November, 9-11<sup>th</sup>, Iași, Romania, Conference proceeding, Abstract Volume, p. 177, 2006
- [41] Drăgulescu D., *Modelarea în biomecanică*, Editura Didactică și Pedagogică R.A., București, 2005
- [42] Dreucean M., Voicu A., **Demian C.**, Menyhardt K., *Titanium Implants Anodisation*, International Conference on Biomaterials & Medical Devices, BimMed'2006, Conference proceeding, Abstract Volume, November, 9-11<sup>th</sup>, Iași, Romania, p. 177, 2006
- [43] Driessen A.A., Klein C.P.A.T., DeGroot K., *Preparation and some properties of sintered  $\beta$ -Whitlockite*, Biomaterials 3: 113-116, 1982
- [44] Duncan E., *Development and Regulation on Medical Products Using Biomaterials*, Biomaterials Science, An Introduction to Materials in Medicine, 2nd Edition, Elsevier Academic Press, 2004
- [45] Duncan E., Lemons J.E., Mayesh J.P., Saha P., Saha S., Scranton M., *New Products and Standard*, Biomaterials Science, An Introduction to Materials in Medicine, 2nd Edition, Elsevier Academic Press, 2004
- [46] Eggli P.S., Muller W., Schenk R.K., *Porous hydroxyapatite and tricalcium phosphate cylinders with two different pore size ranges implanted in the cancellous bone of rabbits*, Clin. Orthop. Relat. Res., 232: 127-138, 1988
- [47] Fang Y., Agrawal D.K., Roy D.M., Roy R., *Fabrication of Porous Hydroxyapatite by Microwave Processing*, J. Mater Res. 7(2): 490-494, 1992
- [48] Fielder, J., *The bioengineers' obligations to patients*, J Invest. Surg., 5: 201-208, 1992
- [49] Fini M., Giavaresi G., Giardino R., Lenger H., Bernauer J., Rimondini L., Torricelli P., Borsari V., Chiusoli L., Chiesa R., Cigada A., *A new austenitic stainless steel with a negligible amount of nickel: An in vitro study in view of its clinical application in osteoporotic bone*, Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials, Volume 71B, Issue 1, Pages 30 – 37, Published Online: 6 May 2004
- [50] Gifford, F., *The conflict between randomized clinical trials and the therapeutic obligation*, J. Med. Phil., 11: 347-366, 1986
- [51] Girling J., De Swiet M., *Aquired thrombophilia*, Baillers Clin. Ob. Gyn., 11: 447-462, 1997
- [52] Greene N.D., *Corrosion of surgical alloys: A few basic ideas*, in Corrosion and degradation of implant materials, 2nd symposium, eds. A.C. Fraker and C.D. Griffin, ATSM STP, 859: 5-10, 1985
- [53] Griffin C.D., Buchanan R.A., Lemons J.E., *In vivo electrochemical corrosion study of coupled surgical implant materials*, J. Biomed. Mater. Res., 17: 489-500, 1983

- [54] Gross J.M., Shu M.C.S., Dai F.F., Ellis J., Yoganathan A.P., *A microstructural flow analysis within a bileaflet mechanical heart valve hinge*, J. Heart Valve Dis., 5: 581-580, 1996
- [55] Hayashi K., Mashima T., Uenoyama K., *The effect of hydroxyapatite coating by bony ingrowth into grooved titanium implants*, Biomaterials, 20: 111-119, 1999
- [56] Hench L.L., Splinter R.J., Allen W.C., Greenlec T.K. Jr., *Bonding mechanisms at the interface of ceramics prosthetic materials*, J. Biomed. Res. Symp. No. 2, Interscience, New York, p. 117, 1972
- [57] Hench Larry L., *Biomaterials: a forecast for the future*, Biomaterials 19, pp. 1419-1423, 1998
- [58] Hersan Ch., *Vade-mecum assurance qualité*, Ed. TecDoc, Londres, Paris, New York, 1995
- [59] Hiromoto S., Tsai A.P., Sumita M., Hanawa T., *Corrosion behavior of zirconium based amorphous alloys for biomedical use*, Mater. Trans., 421:656-659, 2001
- [60] Huang L., McMillan R.A., Apkarin R.P., Pourdeyhimi B., Conticello V.P., Chaikof E.L., *Generation of synthetic elastin-mimetic small diameter fibers and fiber networks*, Macromolecules 33: 2989-2997, 2000
- [61] Hubler R., *Hardness and corrosion protection enhancement behavior of surgical implant surfaces treated with ceramic thin films*, Surf. Coat. Technol., 116-119: 1111-1115, 1999
- [62] Hughes A.N., Jordan B.A., Orman S., *The corrosion fatigue properties of surgical implant materials*, Third progress report - May 1973, Eng. Med., 7:135-141, 1978
- [63] Huiskes R., *The causes of failure of hip and knee arthroplasties*, Nede. Tijdsch. Voor Geneesk, 142: 2035-2040, 1998
- [64] Hulbert S., *The use of alumina and zirconia in surgical implants*, in An Introduction to Bioceramics, L.L., Hench and J., Wilson, eds. World Scientific, Singapore, pp. 25-40, 1993
- [65] Hulbert, S., Bokros, J.C., Hench, L.L., Wilson, J., Heimke, G., *Ceramics in clinical applications: past, present and future*, In High Tech Ceramics, P., Vincenzini, ed. Elsevier, Amsterdam, pp. 189-213, 1987
- [66] Jacobson B., Webster J.B., *Surgery*, in Medicine and clinical engineering, eds. B. Jacobson and J.B. Webster, Prentice-Hall, New Jersey, Ch. 10, 1977
- [67] James K., Kohn J., *New biomaterials for tissue engineering*, MRS Bull., 21: 22-26, 1996
- [68] Johnston R.C., Smidt G.L., *Hip motion measurement for selected activities of daily living*, Clin.Orthop. Sept-Oct (72), p. 205-215, 1970
- [69] Jonck L.M., Grobbelaar C.J., *A glass-ionomer for reconstructive surgery. Ionogram - an ionomeric micro implant. A biological evaluation*, Clin Mater, 9: 85-103, 1992
- [70] Jonck L.M., Grobbelaar C.J., *Ionos bone cement (glassionomer): an experimental and clinical evaluation in joint replacement*, Clin. Mater.; 6: 323-59, 1990
- [71] Jones J.T., Phillips V.L., Harris E.L., Rossaak J.I., Van Rij A.M., *Functional matrix metalloproteinases-9 polymorphism (C-1562T) associated with abdominal aortic aneurysm*, J. Vasc. Surg., 38: 1363-1367, 2003
- [72] Kamachi Mudali U., Sridhar T.M., Eliaz N., Raj B., *Failure of stainless steel implants: Causes and remedies*, Corrosion Reviews, 21:231-267, 2003

- [73] Kasemo B., Lausamaa J., *Biomaterials from a surface science perspective*, In: Surface characterization of Biomaterials, B.D., Ratner, ed. Elsevier, New York, Ch. 1, pp. 1-12, 1988
- [74] Kellomaki M., Niiranen H., Puumanen K., Ashammakhi N., Warris T., Tormala P., *Bioabsorbable scaffolds for guided bone regeneration and generation*, Biomaterials 21: 2495-2505, 2000
- [75] Kopelman, L., *Randomized clinical trials, consent and the therapeutic relationship*, Clin. Res., 31: 1-11, 1983
- [76] Kühne J.H., Bartl R., Frish B., Hanmer C., Jansson V., Zimmer M., *Bone formation in coralline hydroxyapatite: Effects of pore size studied in rabbits*, Acta Orthop. Scand., 65 (3): 246-252, 1994
- [77] Kurtz S.M., Muratoglu O.K., Evan M., Edidin A.A., *Advances in the processing, sterilization and crosslinking of ultra-high molecular weight polyethylene for total joint arthroplasty*, Biomaterials, 20: 1659-1688, 1999
- [78] Langer R., Vacanti J.P., *Tissue engineering*, Science 260: 920-926, 1993
- [79] Learmonth I.D., *Biocompatibility: a biomechanical and biological concept in total hip replacement*, Surg. J. R. Coll Surg. Edinb. Irel., 1-8, 2003
- [80] LeClerc M.F., *Surgical implants*, in Corrosion, Vol. 1, 3rd Edition, eds. L.L. Shrier, R.A. Jarman, and G.T. Burstein, Butterworth Heinemann, Oxford, Ch. 2.13, 1994
- [81] LeClerc M.F., *Surgical implants*, in Corrosion, Vol. 1, 3rd Edition, eds. L.L. Shrier, R.A. Jarman, and G.T. Burstein, Butterworth Heinemann, Oxford, Ch. 2.13, 1994
- [82] Lemons J.E., *Surface modifications of surgical implants*, Surf. Coat. Technol., 103-104: 135-137, 1998
- [83] Lemons J.E., *Voluntary Consensus Standard*, In: *New Products and Standard*, Biomaterials Science, An Introduction to Materials in Medicine, 2nd Edition, Elsevier Academic Press, 2004
- [84] Liang P.G., *Compatibility of biomaterials*, Orthop. Clin. Nor. Am., 4:249-273, 1973
- [85] Liță M., *Cristalografie și analiză structurală*, Notițe de curs, an III SIM, Facultatea de Mecanică, U.P. Timișoara, 2001
- [86] Lodini A., Perrin M., *Analyse des contraintes résiduelles par diffraction des rayons X et des neutrons*, Edite par le Commissariat à l'Energie Atomique, Acheve d'Imprimerie IMPACT GRAPHIC, Avril, 1996
- [87] Lu L., Mikos A.G., *The importance of new processing techniques in tissue engineering*, MRS Bull., 21 (11): 28-32, 1996
- [88] Maeder G., *Mesure de contraintes résiduelles par diffraction X*, Conference de Poitiers, 1981
- [89] Mathiasen E.B., Lindgren J.U., Biomgren G.G.A., Reinholt F.P., *Corrosion of modular hip prostheses*, J. Bone Joint Surg., 73B: 569-575, 1991
- [90] Menzel J., Kirschner W., Stein G., *High Nitrogen Containing Ni-free Austenitic Steels for Medical Applications*, ISI International, Vol. 36, No. 7, pp.: 893-900, 1996
- [91] Merritt K., Rodrigo J.J., *Immune response to synthetic materials: sensitization of patient receiving orthopaedic implants*, Clin. Orthop., 329S: S233-S243, 1996
- [92] Middleton J.C., Tipton A.J., *Synthetic biodegradable polymers as orthopedic devices*, Biomaterials 21: 2335-2346, 2000
- [93] Miller J.A., Talton J.D., Bhatia S., in *Clinical Performance of Skeletal Prostheses*, L.L. Hench and J. Wilson, eds. Chapman and Hall, London, pp. 41-56, 1996

- [94] Morcovescu V., *Modelarea mebrului inferior uman în vederea recuperării prin protezare*, Ed. Orizonturi Universitare, Timișoara, 2005
- [95] Morita M., Sasada T., Hayashi H., Tsukamoto Y., *The corrosion fatigue properties of surgical implants in a living body*, J. Biomed. Mater. Res., 22: 529-540, 1988
- [96] Morrissey R.F., *Bioburden: a rational approach in Sterilization of Medical Products*, Vol. II, E.R.L. Gaughran and R.F. Morrissey (eds.), Multiscience Publications Limited, Montreal, pp. 11-24, 1981
- [97] Morrissey R.F., Phillips G.B. eds., *Sterilization Technology: A Practical Guide for Manufactures and Users of Health Care Products*, Van Nostrand Reinhold, New York, 1993
- [98] Mueller P., Rodig C., *Dispersion hardening behavior of cold-formed X2CrNiMoN18.12 steel for surgical implants*, Neue Huette, 34:378-381, 1989
- [99] Nilson, S., *Simulation of bone mechanics*, Royal Institute of Technology, Stockholm, 2002
- [100] Normand B., Renaud F., Coddet C., Tourenne F., *The effect of spraying conditions on the corrosion resistance of titanium coatings for surgical implants*, Proc. 9th National Thermal Spraying Conference, ed. C.S. Berndt, ASM, Materials Park, Ohio, pp: 73-78, 1996
- [101] Ortrun E.M., *Failures of metallic orthopedic implants*, in Metals Handbook, Vol. 11: Failure analysis and prevention, 9th Edition, eds. R. J Shipley and W. T. Becker, ASM, Ohio, pp: 670-694, 1986
- [102] Ozkaya N., Nordin M., *Fundamentals of Biomechanics. Equilibrium, Motion, and Deformation*, Van Nostrand Reinhold, New York, 1991
- [103] Park J.B., Lakes R.S., *Metallic implant materials*, in Biomaterials. An introduction, Plenum Press, New York, pp: 75-115, 1992
- [104] Peelen J.G.J., Rejda B.V., DeGroot K., *Preparation and properties of sintered hydroxyapatite*, Ceramurgica International 4 (2): 71, 1978
- [105] Peters M.D., Polverini P.J., Mooney D.J., *Engineering vascular networks in porous polymer matrices*, J. Biomed. Mater. Res., 60: 668-678, 2002
- [106] Poșirea I., Ulmeanu E., Wingerit H., *Contribuții asupra determinării pe cale röntgenografică a tensiunilor reziduale de compresiune la oțelurile tratate termodinamic*, Cercetări metalografice, București, nr. 13, 1972
- [107] Powell G.W., Cheng S., Mobley C.E. Jr., *A Fractography Atlas of Casting Alloys*, Battelle Press, 1992
- [108] Prigent H., Pellen-Mussi P., Cathelineau G., Bonnaure-Mallet M., *Evaluation of the biocompatibility of titanium-tantalum alloy versus titanium*, J. Biomed. Mater. Res. 39, pp. 200-206, 1998
- [109] Rabkin E., Hoerstrup S.P., Aikawa M., Mayer J.E. Jr., Schoen F.J., *Evolution of cell phenotype and extracellular matrix in tissue-engineered heart valves during in vitro maturation and in vivo remodeling*, J. Heart Valve Dis. 308-314, 2002
- [110] Ratner, B. D., Hofman, A. S., Schoen, F. J., Lemons, J. E. (eds.), *Biomaterials Science: An introduction to Materials in Medicine*, Academic Press, San Diego, 1996
- [111] Răduță A., **Demian C.**, *Biomaterials - Current Status and Future Perspectives*, Advanced Materials, Summer School, 12 - 25 September 2004, Timișoara, Romania, Editura Orizonturi Universitare, Timișoara, p. 113-130, 2004
- [112] Raduta A., **Demian C.**, *Nouvelle tendance dans les utilisations et la fabrication des matériaux biocompatibles*, Ecole d'été: Ingénierie assistée par ordinateur et nouveaux matériaux, 28 août - 3 septembre 2006, Timisoara - Roumanie, Ed. Orizonturi Univeristare, Timisoara, 2006

- [113] Răduță A., Locovei C., **Demian C.**, Nicoară M., Mărgineanu D., *Cercetări privind ruperea prin oboseală a osiilor de material rulant*, A III-a Conferință internațională, Integritatea structurală a construcțiilor sudate, 9-10.11.2005, Timișoara, Romania, Editura Sudura, 2005
- [114] Raduță A., Nicoară M., **Demian C.**, Locovei C., *Structural and Metallographical Analysis to Establish the Behavior of the Austenitic Stainless Steel Welded Joints Working in Corrosive Environment*, International Conference, Structural Integrity of Welded Structures, 4 - 5.11.2004, Timișoara, Romania, Editura Sudura Timișoara, 2004
- [115] Răduță A., Nicoară M., Locovei C., **Demian C.**, *Fatigue fracture of the tank wagon railway axles*, IX<sup>th</sup> Edition Timișoara Academic Days, International Symposium, Engineering Materials, New Horizons And Processing Techniques, Scientific Bulletin of the "Politehnica" University of Timișoara, MTP Press, Tom 50 (64), p. 171-180, 2005
- [116] Răduță A., Nicoară M., Opreș Firu C., **Demian C.**, *Incoloy 800 Welded Joints Behaviors to Mechanical and Thermal Loads in Corroding Environments*, Scientific Bulletin of the "Politehnica" University of Timișoara, Tom 50 (64), p. 167-170, 2005
- [117] Rahman A., Cook R.D., Seireg A.A., Vanderby R., *The Role of Muscle Forces in Femur Stress Analysis During Gait*, ASME/AICHE/ASCE Summer Bioengineering Conference, Breckenridge, Colorado, 1998
- [118] Ratner B.D., Hoffman A.S., Schoen F.J., Lemons J.E., *Biomaterials Science: A Multidisciplinary Endeavor*, in Biomaterials Science. An Introduction to Materials Science, 2nd Edition, edited by Ratner Buddy D., Hoffman Allan S., Schoen Frederick J. and Lemons Jack E., 2004
- [119] Ratner, B. D., Hofman, A. S., Schoen, F. J., Lemons, J. E. (eds.), *Biomaterials Science: An introduction to Materials in Medicine*, Academic Press, San Diego, 1996
- [120] Rondelli G., *Corrosion resistance tests on Ni-Ti shape memory alloy*, Biomaterials, 17:2003-2008, 1996
- [121] Rostoker W., Pretzel C.W., Galante J.O., *Couple corrosion among alloys for skeletal prostheses*, J. Biomed. Mater. Res., 8:407-419, 1974
- [122] Roy D.M., Linnehan S.K., *Hydroxyapatite formed from coral skeletal carbonate by hydrothermal exchange*, Nature 247: 220-222, 1974
- [123] Rusu L., Morcovescu V., Dreucean M., Drăgulescu D., Stanciu A., **Demian C.**, *Femur modeling and analysis for surgical implantation*, Buletinul Științific al Universității Politehnica din Timișoara, Transactions on Automatic Control and Computer Science, Tom 49(63), No. 2, 2004
- [124] Ryhanen J., Niemi E., Serlo W., Niemela E., Sandvik P., Pernu H., Salo T., *Biocompatibility of nickel-titanium shape memory metal and its corrosion behavior in human cell cultures*, J. Biomed. Mater. Res., 35: 451-457, 1997
- [125] Sadowski C., others, *Treatment of Reverse Oblique and Transverse Intertrochanteric Fractures with Use of an Intramedullary Nail or a 95° Screw-Plate*, Journal of Bone & Joint Surgery jbjs. org., Vol 84-A(3), March, 2002
- [126] Saha P. S., Saha, S., *Bioethics and applied biomaterials*, J. Biomed. Mater. Res. Appl. Biomater., 21 (A2): 181-190, 1987
- [127] Saha, P. S., Saha, S., *Ethical issues on the use of animals in the testing of medical implants*, J. Long-Term Effects Med. Implants, 1 (2): 127-134, 1991
- [128] Saha, P., Saha, S., *Biomedical engineering and animal research*, BMES Bull., 16: 2, 1992
- [129] Saha, S., Saha, P. S., *Biomedical research: some ethical challenge*, Crit. Rev. Biomed. Eng., 26 (5,6): 380, 1998

- [130] Sameni M., Dosesco J., Moin K., Sloane B.F., *Functional imaging of proteolysis: stromal and inflammatory cells increase tumor protheolysis*, *Mo. Imaging*, 2: 159-175, 2003
- [131] Scales J.T., Winter G.D., Shirley H.T., *Corrosion of orthopaedic implants*, *J. Bone Joint Surg.*, 41B: 810-820, 1959
- [132] Schmalzied T.P., Campbell P., Schmitt A.K., Brown I.C., Amstutz H.C., *Shapes and dimensional characteristics of polyethylene wear particles generated in-vivo by total knee replacement compared to total hip replacements*, *J. Biomed Mater. Res. (Appl. Biomater.)*, 38: 203-210, 1997
- [133] Schoen F.J., Anderson J.M., Didisheim P., Dobbins J.J., Gristina A.j., Harasaki H., Simmons R.L., *Ventricular assist device (VAD) pathology analyses: guidelines for clinical study*, *J. Appl. Biomater.*, 1: 49-56, 1990
- [134] Schoen F.J., *Approach to the analysis of cardiac valve prostheses as surgical pathology or autopsy specimens*, *Cardiovasc. Pathol.* 4: 241-255, 1995
- [135] Schoen F.J., Goodenough, S.H., Ionescu M.I., Braunwald N.S., *Implications of late technology of Braunwald-Cutter mitral valve prostheses*, *J. Thorac. Cardiovasc. Surg.*, 88:208-216, 1984
- [136] Schoen F.J., Hoffman A.S., *Implant and Device Failure*, in *Biomaterials Science, An Introduction to Materials in Medicine*, 2nd Edition, Elsevier Academic Press, 2004
- [137] Schoen F.J., Levy R.J., Nelson A.C., Bernhard, W.F., Nashef A., Hawley M., *Onset and progression of experimental bioprosthetic hart valve calcicatin*, *Lab. Invest.* 52: 523-532, 1985
- [138] Schoen F.J., Levy R.J., *Tissues heart valves: current challenges and future research perspectives*, *J. Biomed. Mater. Res.*, 47: 439-465, 1999
- [139] Schoen F.J., *Pathologic findings in explanted clinical bioprosthetic valves fabricated from photooxidized bovine pericardium*, *J. Heart Valve Dis.*, 7: 174-179, 1998
- [140] Schoen F.J., *Pathology of heart valve substitution with mechanical and tissue prostheses*, in *Cardiovascular Pathology*, 3rd ed., M.D. Silver, A. Gotlieb and F.J. Schoen (eds.), W.B. Saunders, Philadelphia, pp. 629-677, 2001
- [141] Schoen F.J., *Role of Device Retrievel and Analysis in the Evaluation of Substitute Hart Valves*, in *Clinical Evaluation of Medical Devices: Principals and Case Studies*, K.B. Witkin, (ed.) Humana Press, Inc., Totowa, N.J., pp. 209-231, 1998
- [142] Schors E.C., Holmes R.E., *Porous hydroxyapatite*, in *An Introduction to Bioceramics*, L.L., Hench and J., Wilson, eds., World Scientific, Singapore, pp. 191-198, 1993
- [143] Schwartz R.S., Edelman E.R., *Drug-eluting stents in preclinical studies. Recommended evaluation from a consensus group*, *Circulation* 106: 1867-1873, 2002
- [144] Seah K.H.W., Thampuran R., Chen X., Teoh S.H., *A comparison between the corrosion behavior of sintered and unsintered porous titanium*, *Corros. Sci.*, 37: 1333-1340, 1995
- [145] Șerban V.A., Răduță A., *Știința și ingineria materialelor*, Editura Politehnica, Timișoara, 2006
- [146] Sharan D., *The problem of corrosion in orthopedic implant materials*, *Orthop. Update, India*, 9: 1-5, 1999
- [147] Sheehan J.P., Morris C.R., Packer K.F., *Study of stress corrosion cracking susceptibility of type 3 16L stainless steel in vitro*, in *Corrosion and degradation of implant materials*, 2"d symposium, eds. A. C. Fraker and C. D. Griffin, ATSM STP, 859:57-72, 1985



- [148] Shenhar A., Gotman I., Radin S., Ducheyne P., Gutmanas E.Y., *Titanium nitride coatings on surgical titanium alloys produced by powder immersion reaction assisted coating method: Residual stresses and fretting behaviour*, Surf. Coat. Technol., 126:210-218, 2000
- [149] Silverstein S.C., Steinman R.M., Cohn Z.A., *Endocytosis*, Annu. Rev. Biochem., 46:669-722, 1977
- [150] Solar R. J., *Corrosion resistance of titanium surgical implant alloys: A review*, In: Corrosion degradation implant materials, eds. B.C. Syrett and A. Acharya, ASTM STP, 684: 259-273, 1979
- [151] Speidel M.O., Uggowitzer P.J., Proc. Materials Week '92, Chicago, ed. by R.A. Lula, ASM Int., 135, 1993
- [152] Starosvetsky D., Gotman I., *Corrosion behavior of titanium nitride coated Ni-Ti shape memory surgical alloy*, Biomaterials, 22: 1853-1859, 2001
- [153] Starosvetsky D., Shenhar A., Gotman I., *Corrosion behavior of PIRAC nitrated Ti-6Al-4V surgical alloy*, J. Mater. Sci.: Mater. Med., 12: 145-150, 2001
- [154] Stein G., Lueg J., Proc. of 3rd Int. Conf. on High Nitrogen Steels, Kiev, 31, 1993
- [155] Stephens R., Fatemi A., Stephens R., Fuchs H., *Metal Fatigue in Engineering*, 2<sup>nd</sup> ed., John Wiley & Sons, 2001
- [156] Streicher R.M., Webe H., Schon R., Semlitsch M., *New Surface Modification for Ti-6Al-7Nb alloy: oxygen diffusion hardening (ODH)*, Biomater 12, pp. 125-129, 1991
- [157] Suresh S., *Fatigue of Materials*, Cambridge University Press, 1991
- [158] Sutula L.C., Collier J.P., Saum K.A., al., *Impact of gamma sterilization on clinical performance of polyethylene in the hip*, Clin. Orthop., 319: 28-40, 1995
- [159] Tabata Y., *Foreign body reaction*, in *Metallic Biomaterials Fundamentals and Applications*, eds. M. Sumita, Y. Ikada, and T. Tateishi, ICP, Tokyo, 335-346, 2000
- [160] Tengvall P., Lundstrom I., *Physico-chemical considerations of titanium as a biomaterial*, Clin. Mater., 9: 115-134, 1992
- [161] Teoh S.H., *Engineering Materials for Biomedical Applications*, in *Biomaterials Engineering and Processing Series - Vol. 1*, Published by World Scientific Publishing Co. Pte. Ltd., 2004
- [162] Teoh S.H., *Fatigue of biomaterials: a review*, Int. J. Fatigue, 22:825-837, 2000
- [163] Teule F., Aube C., Ellison M., Abbott A., *Biomimetic manufacturing of customized novel fiber proteins for specialized applications*, 33-43, *Procedeeings 3rd Autex Conference*, Gdansk, Poland, 2003
- [164] Thomsen P., Ericson L.E., In: *The bone-biomaterial interface*, ed. J.E. Davis, University of Toronto Press, Toronto, pp.: 153-164, 1991
- [165] Thong P.S.P., Watt F., Ponraj D., Leong S.K., He Y., Lee T.K.Y., *Iron and cell death in Parkinson's disease: a nuclear microscopic study into iron-rich granules in the parkinsonian substantia nigra of primate models*, Nucl. Instrum. Methods Phys. Res., Section B, 158: 349-355, 1999
- [166] Torricelli P, Fini M, Borsari V, Lenger H, Bernauer J, Tschon M, Bonazzi V, Giardino R, *Biomaterials in orthopedic surgery: effects of a nickel-reduced stainless steel on in vitro proliferation and activation of human osteoblasts*, PMID: 14636013 [PubMed - indexed for MEDLINE], 2003
- [167] Traisnel M., Le Maguer D., Hildebrand H.F., Iost A., *Corrosion of surgical implants*, Clin. Mater., 5: 309-318, 1990

- [168] Trumpy I.G., Roald B., Lyberg T., *Morphologic and immunohistochemical observation of explanted proplast-Teflon temporomandibular joint interpositional implants*, J. Oral Maxillofac. Surg., 54: 63-68, 1996
- [169] Uggowitzer P.J., Harzenmoser M., Proc. of Ist Int. Conf. on High Nitrogen Steels, Lille, 174, 1988
- [170] Uggowitzer P.J., Magdowski R., Speidel M.O., Metall. Ital., 84, 6-7, 347, 1994
- [171] Uggowitzer P.J., Magdowski R., Speidel M.O., *Nickel Free High Nitrogen Austenitic Steels*, ISIJ International, Vol. 36. No. 7, pp.: 901-908, 1996
- [172] Uggowitzer P.J., Paulus N., Speidel M.O., Proc. Conf. Application of Stainless Steel 92, Stockholm, ASM Int., 62, 1992
- [173] Vacanti C.A., Langer R., Schloo B., Vacanti J.P., *Synthetic polymers seeded with chondrocytes provide a template for new cartilage formation*, Plast. Reconstr. Surg. 88(5): 753-759, 1991
- [174] Veerabagu S., Fujihara K., Dasari G.R., Ramakrishna S., *Strain distribution analysis of braided composite bone plates*, Composite Sci Technol., 61: 427-435, 2003
- [175] Vert M., Christel P., Garreau H., Audion M., Chanavax M., Chabot F., *Totally bioresorbable composites systems for internal fixation of bone fractures*, in Polymers in Medicine, Vol. 2, C., Migliaresi and L., Nicolais, eds. Plenum, New York, pp. 263-275, 1986
- [176] Voicu A., **Demian C.**, Stoia D., *Titanium Implants Behavior in Biological Environments*, Scientific Bulletin of the Politehnica University of Timisoara, Proceedings of the XI<sup>th</sup> International Conference on Vibration Engineering, Timisoara, Romania, September 27 – 30, Tom 50 (64), p. 117-122, 2005
- [177] Voicu A., **Demian C.**, *Titanium Implants Evaluation Using Electrochemical and Metallographic Analysis Methods*, Buletinul Științific al Universității "Politehnica" din Timișoara, Seria Mecanica, Tom 49 (63), Transaction on Mechanics, Fascicola 2, 2004
- [178] Von Recum A., (Ed.) *Handbook of biomaterials evaluation*, New York, Macmillan, 1986
- [179] Wallin R.F., Upman P.J., *A Practical Guide to ISO 10993-6: Implant Effects*
- [180] Walter M.J. (Medical Alloy Specialist), *Properties of an Essentially Nickel-Free Stainless Alloy for Medical Implants*, Carpenter Technology Corporation, Reading, PA
- [181] Whitbeck, C., *Ethics in Engineering Practice and Research*, Cambridge University Press, Cambridge, UK., 1998
- [182] Williams D.F., *Definitions in Biomaterials. Proceedings of a Consensus Conference of the European Society for Biomaterials*, Chester, England, March 3-5, 1986, Vol. 4, Elsevier, New York, 1987
- [183] Willert H.G., Semlitsch M., *Reaction of articular capsule to wear products of artificial joint prostheses*, J. Biomed. Mater. Res., 11: 157-164, 1977
- [184] Wilson J., Pigott G.H., Schoen F.J., Hench L.L., *Toxicology and biocompatibility of bioglass*, J. Biomed. Mater. Res., 15: 805, 1981
- [185] Woolson S.T., Milbauer J.P., Bobyn J.D., Yue S., Maloney W.J., *Fatigue fracture of a forged cobalt-chromium-molybdenum femoral component intersted with cement*, J. Bone Joint Surg., 79A: 1842-1848, 1997
- [186] Wright T.M., Goodman S.B. (eds.), *Implant Wear in Joint Replacement*, American Academy of Orthopedic Surgeons, Rosemont, IL, 2001
- [187] Wright T.M., Goodman S.B. (eds.), *Implant Wear: The future of Joint Replacement*, American Academy of Orthopedic Surgeons, Rosemont, IL, 1996
- [188] Wright T.M., Hood R.W. and Burstein A.H., *Analysis of materials failures*, Orthop. Clin. N. Am., 13: 33-44, 1982

- [189] Wright T.M., Rimnac C.M., Faris P.M., Bansal M., *Analysis of surface damage in retrieved carbon fiber-reinforced and plain polyethylene tibial components from posterior stabilized total knee replacement*, J. Bone Joint Surg., 70-A: 1312-1319, 1988
- [190] Wright T.M., Rimnac C.M., Stulberg S.D., Mintz L., Tsao A.K., Klein R.W., McCrae C., *Wear of polyethylene in total joint replacements. Observation from retrieved PCA knee implants*, Clin. Orthop., 276: 126-134, 1992
- [191] Ye S., *Polymorphism in matrix metalloproteinase gene promoters: implication in regulation of gene expression and susceptibility of various diseases*, Matrix Biol., 19: 623-629, 2000
- [192] Yu J., Zhao Z. J., Li L.X., *Corrosion fatigue resistances of surgical implant stainless steels and titanium alloy*, Corros. Sci., 35:587-597, 1993
- [193] Zerbst U., Vormwald M., Andersch C., Mädler K., Pfuff M., *The development of a damage tolerance concept for railway components and its demonstration for a railway axle*, Engineering Fracture Mechanics 72: 209-239, 2005
- [194] Zitter H., *Case histories on surgical implants and their causes*, Werkst. Korros., 42: 455-466, 1991
- [195] Zwicker J., Etzold U., Moser T., *Abrasive properties of oxide layers on Ti-5Al-2,5Fe in contact with high density polyethylene*, Titanium Science and Technology, pp. 1343-1350, 1985
- [196] \*\*\* - Albert D.E., Wallin R.F., *A Practical Guide to ISO 10993-14: Materials Characterization*
- [197] \*\*\* - Association for the Advancement of Medical Instrumentation, *AAMI Standards and Recommended Practices, Vol. 13, Sterilization, Part 3, Industrial Process Control*, Association for the Advancement of Medical Instrumentation, Arlington V.A., 1999
- [198] \*\*\* - Buchanan J.M., Upman P.J., and Wallin R.F., *A Practical Guide to ISO 10993-4: Hemocompatibility*
- [199] \*\*\* - *Capitolul VII, Standardizarea, asigurarea, auditarea și certificarea calității produselor*
- [200] \*\*\* - Carpenter Technology Corporation, *Alloy Data. BioDur 108*, 2005
- [201] \*\*\* - Carpenter Technology Corporation, Reading, PA, USA, *Specialty Alloys and Titanium Shapes to Consider for Latest Medical Materials Requirements*, Published in European Medical Device Manufacturer, September 2003
- [202] \*\*\* - Delaunay C., *Prothese totale de Charnley*, Le journal francais de l'orthopedie
- [203] \*\*\* - *IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans: Surgical, Implants and other Foreign Bodies*, Lyon, 74:65-84, 1999
- [204] \*\*\* - Johnson G.M., Upman P.J., Wallin R.F., *A Practical Guide to ISO 10993-3: Genotoxicity*
- [205] \*\*\* - Laborator CIDUCOS, UPT, *Procedură specifică de lucru, PSL-01 Încercarea la coroziune*
- [206] \*\*\* - Lane L., *ISO 10993. Preparing for Part 18*
- [207] \*\*\* - Legea 176/ 18 octombrie 2000 privind dispozitivele medicale
- [208] \*\*\* - *Material Data P2000 (X13 CrMnMoN 18-14-3)*, Energietechnik Essen GmbH, 2003
- [209] \*\*\* - Melinda Macho, *Asigurarea calității conform ISO 9000*, Austria
- [210] \*\*\* - NASGRO, *Fatigue Crack Growth Computer Program*, NASGRO, version 3, NASA, L.B. Johnson Space Centre, Houston, Texas. JSC-22267B

- [211] \*\*\* - *Procedura pentru adoptarea standardelor europene și internaționale ca standarde române, prin publicarea versiunii române*, Ediția 3.2.2 (aprobată prin Hotărârea Consiliului Director al ASRO nr. 425 din 25.02.2004)
- [212] \*\*\* - Sendelbach L.E., Wallin R.F., *A Practical Guide to ISO 10993-11: Designing Subchronic and Chronic Systemic Toxicity Tests*
- [213] \*\*\* - Wallin R.F., Arscott E.F., *A Practical Guide to ISO 10993-5: Cytotoxicity*
- [214] \*\*\* - Wallin R.F., Upman P.J., *A Practical Guide to ISO 10993: Part 1—Introduction to the Standards*
- [215] \*\*\* - <http://webstore.ansi.org/ansidocstore/>
- [216] \*\*\* - <http://www.iso.org/iso/en/CatalogueDetailPage>
- [217] \*\*\* - <http://www.magazin.asro.ro>
- [218] \*\*\* - <http://www.teg.co.uk/nickel/index.html>
- [219] \*\*\* - ASTM A262-02ae3 *Standard Practices for Detecting Susceptibility to Intergranular Attack in Austenitic Stainless Steels*
- [220] \*\*\* - ASTM F1314-07 *Standard Specification for Wrought Nitrogen Strengthened 22 Chromium - 13 Nickel - 5 Manganese - 2.5 Molybdenum Stainless Steel Alloy Bar and Wire for Surgical Implants (UNS S20910)*
- [221] \*\*\* - ASTM F1586-02 *Standard Specification for Wrought Nitrogen Strengthened 21 Chromium - 10 Nickel - 3 Manganese - 2.5 Molybdenum Stainless Steel Bar for Surgical Implants (UNS S31675)*
- [222] \*\*\* - ASTM F1903-98(2003) *Standard Practice for Testing for Biological Responses to Particles in Vitro*
- [223] \*\*\* - ASTM F1904-98(2003) *Standard Practice for Testing the Biological Responses to Particles in Vivo*
- [224] \*\*\* - ASTM F561-05a, *Standard Practice for Retrieval and Analysis of Medical Devices, and Associated Tissues and Fluids*
- [225] \*\*\* - ASTM G3-89 (2004) *Standard Practice for Conventions Applicable to Electrochemical Measurements in Corrosion Testing*
- [226] \*\*\* - ASTM G48-03 *Standard Test Methods for Pitting and Crevice Corrosion Resistance of Stainless Steels and Related Alloys by Use of Ferric Chloride Solution – Method D – Critical crevice temperature test for nickel-base and chromium-bearing alloys (CCT)*
- [227] \*\*\* - ASTM G5-94 (2004) *Standard Reference Test Method for Making Potentiostatic and Potentiodynamic Anodic Polarization Measurements*
- [228] \*\*\* - BS EN 12472: 1999 *A Method for the Simulation of Wear and Corrosion of Coated Items – WEAR AND CORROSION TEST FOR THE DETECTION OF NICKEL RELEASE FROM COATED ITEMS [Metodă pentru simularea produselor acoperite la uzare și coroziune – Încercare la uzare și coroziune pentru detectarea eliberării nichelului din produsele acoperite]*
- [229] \*\*\* - BS EN 1810: 1998 *The Reference Test Method for Nickel Content – BODY-PIERCING POST ASSEMBLIES - REFERENCE TEST METHOD FOR DETERMINATION OF NICKEL CONTENT BY FLAME ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY [Metoda de încercare de referință pentru conținutul de nichel – Ansambluri ulterioare pentru locuri perforate – Metoda de încercare de referință pentru determinarea conținutului de nichel prin spectrometrie de absorbție atomică cu flacără]*
- [230] \*\*\* - BS EN 1811: 1999 *The Reference Test Method for Nickel Release – REFERENCE TEST METHOD FOR RELEASE OF NICKEL FROM PRODUCTS INTENDED TO COME INTO DIRECT AND PROLONGED CONTACT WITH THE SKIN [Metoda de încercare de referință pentru eliberarea de nichel – Metoda de încercare de referință*

pentru eliberarea de nichel din produse intenționate a veni în contact direct și prelungit cu pielea]

[231] \*\*\* - ISO 12891-2: 2005 Retrieval and analysis of surgical implants - Part 2: Analysis of retrieved metallic surgical implants

[232] \*\*\* - ISO 12891-3: 2005 Retrieval and analysis of surgical implants - Part 3: Analysis of retrieved polymeric surgical implants

[233] \*\*\* - ISO 12891-4: 2005 Retrieval and analysis of surgical implants - Part 4: Analysis of retrieved ceramic surgical implants

[234] \*\*\* - ISO 16428: 2005 Implants for surgery - Test solutions and environmental conditions for static and dynamic corrosion tests on implantable materials and medical devices [Implante chirurgicale – Soluții de încercare și condiții de mediu pentru încercările la coroziune statică și dinamică asupra materialelor implantabile și a dispozitivelor medicale]

[235] \*\*\* - ISO 16429: 2004 Implants for surgery - Measurements of open-circuit potential to assess corrosion behaviour of metallic implantable materials and medical devices over extended time periods [Implante chirurgicale – Măsurători ale potențialului cu circuit deschis pentru a stabili comportamentul la coroziune a materialelor metalice implantabile și a dispozitivelor medicale pentru perioade de timp prelungite]

[236] \*\*\* - ISO 17853: 2003 Wear of implant materials - Polymer and metal wear particles - Isolation, characterization and quantification

[237] \*\*\* - ISO 7206-2: 2006 Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 2: Articulating surfaces made of metallic, ceramic and plastics materials

[238] \*\*\* - ISO/DIS 7206-1: 2007 Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses - Part 1: Classification and designation of dimensions

[239] \*\*\* - ISO/NP 12891-1: 2007 Retrieval and analysis of surgical implants - Part 1: Retrieval and handling

[240] \*\*\* - prEN 12471: 1998 A Screening Test for Nickel Release – SCREENING TEST FOR NICKEL RELEASE FROM ALLOYS AND COATINGS IN CONSUMER ITEMS THAT COME INTO DIRECT AND PROLONGED CONTACT WITH THE SKIN [Metodă de sortare a eliberării de nichel– Testul de sortare pentru eliberarea de nichel din aliaje și acoperiri ale produselor de consum ce vin în contact direct și prelungit cu pielea]

[241] \*\*\* - prEN ISO 10993-6: 2006 Biological evaluation of medical devices - Part 6: Tests for local effects after implantation (ISO/DIS 10993-6: 2005) [Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale Partea 6: Teste pentru efectele locale după implantare]

[242] \*\*\* - SR 10000-3: 2004 Principiile și metodologia standardizării. Partea 3: Structura și modul de lucru ale comitetelor tehnice

[243] \*\*\* - SR 10000-8: 2006 Principiile și metodologia standardizării. Partea 8: Adoptarea standardelor internaționale și a altor documente internaționale (altele decât standardele internaționale) ca standarde române

[244] \*\*\* - SR 10000-9: 2000 Principiile și metodologia standardizării. Adoptarea și publicarea standardelor europene ca standarde române

[245] \*\*\* - SR 10013: 1995 Metale și aliaje neferoase exceptând cuprul și aliajele de cupru. Determinarea mărimii medii a grăuntelui

[246] \*\*\* - SR EN 12010: 2001 Implanturi chirurgicale neactive – Proteze ale articulațiilor – Cerințe particulare

[247] \*\*\* - SR EN 12011: 2000 Instrumentar utilizat în asociere cu implanturi chirurgicale neactive. Cerințe generale

- [248] \*\*\* - SR EN 12563: 2000 *Implanturi chirurgicale neactive. Proteze ale articulației – Cerințe specifice pentru protezele articulației de șold*
- [249] \*\*\* - SR EN 550: 1997 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Validare și control de rutină pentru sterilizarea cu oxid de etilenă*
- [250] \*\*\* - SR EN 552: 2001/ A2: 2003 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Validare și control de rutină pentru sterilizarea prin iradiere*
- [251] \*\*\* - SR EN 554: 2003 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Validare și control de rutină pentru sterilizarea cu caldură umedă*
- [252] \*\*\* - SR EN 556-1: 2003/ AC: 2007 *Sterilizarea dispozitivelor medicale. Cerințe pentru dispozitivele medicale etichetate "steril". Partea 1: Cerințe pentru dispozitivele medicale sterilizate în faza finală*
- [253] \*\*\* - SR EN 868-1: 2003 *Materiale și sisteme de ambalare pentru dispozitivele medicale care urmează a fi sterilizate*
- [254] \*\*\* - SR EN ISO 10993-1: 2004 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 1: Evaluare și testare*
- [255] \*\*\* - SR EN ISO 10993-10: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 10: Teste de iritare și de hipersensibilitate cu efect retard*
- [256] \*\*\* - SR EN ISO 10993-11: 2007 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 11: Încercări de toxicitate sistemică*
- [257] \*\*\* - SR EN ISO 10993-12: 2005 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 12: Prepararea eșantioanelor și a materialelor de referință*
- [258] \*\*\* - SR EN ISO 10993-13: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 13: Identificare și cuantificare a produselor de degradare din dispozitive medicale pe bază de polimeri*
- [259] \*\*\* - SR EN ISO 10993-14: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 14: Identificarea și cuantificarea produselor de degradare din ceramică*
- [260] \*\*\* - SR EN ISO 10993-15: 2002 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 15: Identificare și cuantificare a produșilor de degradare din metale și aliaje*
- [261] \*\*\* - SR EN ISO 10993-16: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 16: Proiectarea studiilor toxicocinetice pentru produse de degradare și substanțe extractibile*
- [262] \*\*\* - SR EN ISO 10993-17: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 17: Stabilirea limitelor admisibile pentru substanțe extractibile*
- [263] \*\*\* - SR EN ISO 10993-18: 2006 *Evaluare biologică a dispozitivelor medicale. Partea 18: Caracterizare chimică a materialelor*
- [264] \*\*\* - SR EN ISO 10993-2: 2007 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 2: Cerințe pentru protecția animalelor*
- [265] \*\*\* - SR EN ISO 10993-3: 2004 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 3: Teste pentru genotoxicitate, carcinogenitate și toxicitate asupra funcției de reproducere*
- [266] \*\*\* - SR EN ISO 10993-4: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 4: Selectarea testelor pentru interacțiunile cu sângele*
- [267] \*\*\* - SR EN ISO 10993-5: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 5: Teste pentru citotoxicitate in vitro*
- [268] \*\*\* - SR EN ISO 10993-7: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 7: Reziduuri de sterilizare cu oxid de etilenă*
- [269] \*\*\* - SR EN ISO 10993-8: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 8: Selectarea și calificarea materialelor de referință utilizate pentru teste biologice*

- [270] \*\*\* - SR EN ISO 10993-9: 2003 *Evaluarea biologică a dispozitivelor medicale. Partea 9: Cadru pentru identificarea și cuantificarea produșilor potențiali de degradare*
- [271] \*\*\* - SR EN ISO 14155-1: 2003 *Investigația clinică a dispozitivelor medicale pentru subiecți umani. Partea 1: Cerințe generale*
- [272] \*\*\* - SR EN ISO 14602: 2001 *Implanturi chirurgicale neactive. Implanturi pentru osteosinteză. Cerințe particulare*
- [273] \*\*\* - SR EN ISO 14630: 2005 *Implanturi chirurgicale neactive – Cerințe generale*
- [274] \*\*\* - SR EN ISO 14971: 2003 *Dispozitive medicale. Aplicarea gestiunii riscului la dispozitive medicale*
- [275] \*\*\* - SR EN ISO 643: 2003 *Oțeluri. Determinarea micrografică a mărimii grăuntelui aparent*
- [276] \*\*\* - SR EN ISO/CEI 17025: 2005 *Cerințe generale pentru competența laboratoarelor de încercări și etalonări*
- [277] \*\*\* - SR ISO 5832-1: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 1: Oțel inoxidabil deformabil*
- [278] \*\*\* - SR ISO 5832-2: 1996 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 2: Titan nealiat, standard anulat, versiune nouă și neadoptată fiind ISO 5832-2: 1999 Implants for surgery - Metallic materials - Part 2: Unalloyed titanium*
- [279] \*\*\* - SR ISO 5832-3: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 3: Aliaj deformabil titan – aluminiu 6 – vanadiu 4*
- [280] \*\*\* - SR ISO 5832-4: 1999 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 4: Aliaj de turnare cobalt – crom – molibden*
- [281] \*\*\* - SR ISO 5832-9: 1996 *Implanturi chirurgicale – Produse metalice. Partea 9: Oțel inoxidabil deformabil cu conținut înalt de azot*
- [282] \*\*\* - Contract de cercetare științifică nr. 07/ 16.01.2004 între UPT și S:C. Zoppas Industries Romania S.R.L. (ZIR): *Expertize tehnice privind structura și proprietățile materialelor și îmbinărilor sudate din producția curentă a ZIR, participant*
- [283] \*\*\* - Contract de cercetare științifică nr. 271/ 06.06.2005 între UPT și S:C. Zoppas Industries Romania S.R.L. (ZIR): *Activități de consultanță și expertiză tehnică privind structura și proprietățile materialelor și reperelor din producția curentă a ZIR, participant*
- [284] \*\*\* - Contract de cercetare științifică nr. 400/ 17.02.2006 între UPT – Laboratorul CIDUCOS și S:C. Zoppas Industries Romania S.R.L. (ZIR): *Încercări și elaborare de rapoarte tehnice de interpretare a rezultatelor pentru analize metalografice, măsurători de duritate și determinări de compoziție chimică pentru reперele din producția curentă a ZIR, participant*
- [285] \*\*\* - Contract de cercetare științifică nr. 597/ 06.02.2007 între UPT și S:C. Zoppas Industries Romania S.R.L. (ZIR): *Asistență tehnică și consultanță în domeniul calității produselor din producția curentă a Zoppas Industries Romania, participant*
- [286] \*\*\* - Contract nr. 05/ 15.09.2006, cod CNC SIS 43: *Platformă de implantologie, protezare inteligentă și recuperare biomecanică, 2006-2008, participant*
- [287] \*\*\* - Contract nr. 16/ 2003, Program romano-francez BRANCUSI în colaborare cu Universitatea din Reims Champagne-Ardenne: *Modelarea și validarea tehnologiilor de elaborare a materialelor avansate cu nanostructură, compozite și amorfe, 2003-2004, membru în colectiv*

- [288] \*\*\* - Contract nr. 28/ 7.09.2005: *Extinderea și dezvoltarea capacității laboratorului de încercări CIDUCOS în curs de acreditare de către RENAR conform SR EN ISO/CEI 17025:2001 EDCL-CIDUCOS, 2005-2007, membru în colectiv*
- [289] \*\*\* - Contract nr. 82/ 2006, cod CEEC MEC 1285: *Optimizarea tratamentelor dento-parodontale prin utilizarea tehnologiei laser – testari multidisciplinare – OTDP-LAS-TEST, 2006-2008, membru în colectiv*
- [290] \*\*\* - Contract nr. 967/ 07.10.2005, cod CEEC 12024/ 2005-2007: *Dezvoltare de terapii inovative în reconstrucția osteoarticulară – CELL-ART, 2005-2007, membru în colectiv*
- [291] \*\*\* - Contract nr. 1446/ 29.03.2006, Grant CEEC-ET, cod 41: *Tehnici neconvenționale de evaluare și optimizare a protezelor dentare, 2006-2007, membru în colectiv*
- [292] \*\*\* - Contract nr.1422/ 2006, Grant CEEC-ET, cod 40: *Metode moderne de investigație, analiză și prognostic nedistructive în medicina dentară, 2006-2007, membru în colectiv*
- [293] \*\*\* - Contract PNCDI/ INFRAS, nr. 10953/ 27.10.2003: *Laborator de certificare a implantelor și distractoarelor utilizate în chirurgia osoasă și stomatologie – CIDUCOS, 2003-2005, membru în colectiv*



## Titluri recent publicate în colecția „TEZE DE DOCTORAT” seria 9: Inginerie Mecanică

---

1. **Claudiu Ion Gruescu** – *Contribuții la reducerea concentrației emisiilor poluante de mercur provenite din incinerarea deșeurilor municipale*, ISBN (10) 973-625-367-8, (13) 978-973-625-367-6, (2006)
2. **Lucian Rusu** – *Implante chirurgicale. Studii și cercetări în vederea omologării*, ISBN (10) 973-625-375-9, (13) 978-973-625-375-1, (2006).
3. **Ion Vrabie** – *Contribuții privind îmbunătățirea performanțelor energetice și limitării poluării unui motor diesel cu injecție directă de putere mijlocie mare prin perfecționarea calității injecției*, ISBN (10) 973-625-380-5, (13) 978-973-625-380-5, (2006).
4. **Ovidiu Brânzan** – *Studiul prelungirii durabilității conductelor de transport produse petroliere*, ISBN (10) 973-625-396-1, (13) 978-973-625-396-6, (2006).
5. **Adriana Albu** – *Stabilirea de baze de date pentru diagnosticarea hepatitelor virale prin analiza imaginilor ficatului obținute prin tomografiere*, ISBN 978-973-625-400-0, (2007).
6. **Călin Gavril Dubău** – *Utilizarea microagregatelor eoliene în componența unor sisteme complexe*, ISBN 978-973-625-408-6, (2007).
7. **Lenuța Suci** – *Contribuții la modelarea și simularea proceselor de sudare cu arc electric în mediul de gaze protectoare (Ar, CO<sub>2</sub>) (Sinteză)*, ISBN 978-973-625-442-0, (2007);
8. **Cosmina Vîgaru** – *Studii teoretice și experimentale asupra surselor și nivelului de vibrații la unele tipuri de mașini de țesut*, ISBN 978-973-625-432-1, (2007);
9. **Virgil Stoica** – *Studii și cercetări privind mecanismele schimbului de căldură în procesele de vaporizare a hidrocarburilor*, ISBN 978-973-625-473-4, (2007);
10. **Marius-Beniamin Fazecaș** – *Contribuții teoretice și experimentale privind rezistența și durata de viață a cuplajelor*, ISBN 978-973-625-498-7, (2007);



EDITURA POLITEHNICA