



**UNIVERSITATEA POLITEHNICĂ DIN BUCUREȘTI**  
**ȘCOALA DOCTORALĂ ȘTIINȚA ȘI INGINERIA MATERIALELOR**  
**DEPARTAMENTUL DE ȘTIINȚA MATERIALELOR METALICE,**  
**METALURGIE FIZICĂ**



*Ing. Georgiana Claudia MILEA*

**Contribuții în domeniul biomaterialelor utilizate și a  
evaluării funcționalității clinice a implantelor metalice  
pentru repararea fracturilor**

**~ REZUMAT ~  
TEZĂ DE DOCTORAT**

**Conducător de doctorat:**  
*Prof. Univ. Habil. Dr. Ing. ANTONIAC VASILE IULIAN*



**UNIVERSITATEA POLITEHNICĂ DIN BUCUREȘTI**  
**ȘCOALA DOCTORALĂ ȘTIINȚA ȘI INGINERIA MATERIALELOR**  
**DEPARTAMENTUL DE ȘTIINȚA MATERIALELOR METALICE,**  
**METALURGIE FIZICĂ**



**~ REZUMAT ~**  
**TEZĂ DE DOCTORAT**

**Contribuții în domeniul biomaterialelor utilizate și a evaluării  
funcționalității clinice a implantelor metalice pentru repararea fracturilor**

**Contributions in the field of biomaterials used and evaluation of the clinical  
functionality of metal implants for fracture repair**

**Doctorand: Ing. MILEA GEORGIANA CLAUDIA**

**Conducător de doctorat: Prof. Univ. Habil. Dr. Ing. ANTONIAC VASILE IULIAN**

**Comisia de doctorat**

<b>Președinte</b>	<b>Prof. dr. ing. Brândușa GHIBAN</b>	<b>Universitatea Politehnică din București</b>
<b>Conducător de doctorat</b>	<b>Prof. Univ. Habil. Dr. Ing. Vasile Iulian ANTONIAC</b>	<b>Universitatea Politehnică din București</b>
<b>Referenți științifici</b>	<b>Prof. Dr .Ing. Petrică VIZUREANU</b>	<b>Universitatea Tehnică „Gheorghe Asachi” din Iași</b>
	<b>Prof. Dr. Med. Marius NICULESCU</b>	<b>Universitatea „Titu Maiorescu” Bucuresti</b>
	<b>Prof. Dr .Ing. Marian MICULESCU</b>	<b>Universitatea Politehnică din București</b>

**București 2022**

## **INTRODUCERE**

**Obiectivul prezentei tezei de doctorat** principal al tezei de doctorat a fost definirea și verificarea unui protocol de analiză a explantelor din categoria implantelor metalice pentru osteosinteză, executate din oțel inoxidabil austenitic și aliaje de titan, în vederea stabilirii cauzelor de eșec ale acestora, prin utilizarea asociată a unor metode clasice de investigare (stereomicroscopie, microscopie optică) cu unele metode moderne de investigare (microscopie electronică de baleiaj asociată cu spectroscopie de raze X cu dispersie de energie, analiza cu element finit), precum și implementarea verificării compoziției chimice și a omogenității chimice la nivelul implantului metalic prin spectrometrie SDAR-OES.

Structura pe capitole a prezentei teze de doctorat, este prezentată în cele ce urmează:

**Capitolul I** intitulat „*Aspecte clinice medicale*” reunește informații din literatura de specialitate privind sistemul osos și importanța acestuia în organismul uman.

**Capitolul II** intitulat „*Stadiul actual al implantelor pentru osteosinteză*” descrie aspecte importante despre deteriorarea sistemului osos, fracturile osoase, materialele din care se confecționează implantele, dar și tipurile de implantate de osteosinteză utilizate în practica medicală.

**Capitolul III** intitulat „*Materiale, metode și echipamente utilizate experimental*” descrie materialele experimentale utilizate, protocolul de lucru urmărit în cazul tezei și toate tehnicile de analiză și echipamentele utilizate pentru caracterizare.

**Capitolul IV** intitulat „*Rezultate experimentale privind analiza explantelor de tip implantate metalice pentru osteosinteză*” prezintă rezultatele experimentale obținute în urma activităților de caracterizare structurală, morfologică și compozițională a explantelor.

**Capitolul V** intitulat „*Concluzii*” este un capitol final în care sunt prezentate concluziile și contribuțiile originale. De asemenea, în acest capitol sunt enumerate și contribuțiile personale aduse în timpul realizării acestor cercetări.

### **CAPITOLUL 1. ASPECTE CLINICE MEDICALE**

#### **1.1. CONSIDERAȚII GENERALE**

Osul este un organ extrem de complex, care conține diferite tipuri de țesut ( sânge, țesut conjunctiv, nervi, țesut osos) și care reprezintă 15 % din greutatea corporală la nou născuți , 17% la adulți cu vârsta până la 50 de ani și 14 % la persoane vârstnice [1]. Acest organ are o structură de rezistență, adaptată mecanicii aparatului locomotor, dar în permanentă modelare și remodelare ( reînnoire).

Funcția majoritară a oaselor este aceea de a oferi sprijin, ceea ce permite corpului uman să mențină o poziție verticală, cât și funcții mecanice și funcție de protecție a structurilor vitale precum creierul și organele intratoracice.

### **CAPITOLUL 2. STADIUL ACTUAL AL IMPLANTELOR PENTRU OSTEOSINTEZĂ**

#### **2.1. FUNDAMENTE PRIVIND ABORDAREA PROTEZĂRII OASELOR**

În ceea ce privește progresul în domeniul biomaterialelor, scopul urmărit este acela de a crește calitatea și longevitatea omului și implicit de creștere a eficacității biomaterialelor utilizate [ISO 10993]. Prin urmare, orice dispozitiv medical utilizat în implantologie trebuie să

respecte cerințe privind: proiectarea adecvată și fabricabilitate, biocompatibilitate, proprietăți mecanice, rezistența la uzare, rezistența la coroziune, osteointegrarea.

## 2.2. STADIUL ACTUAL AL BIOMATERIALELOR METALICE

### 2.2.1.1. Stadiul actual al oțelurilor inoxidabile

Cele trei elemente de aliere principale din oțelul inoxidabil cel mai frecvent utilizat (316L) sunt Cr, Ni și Mo. Alierea cu Cr conduce la formarea unui strat protector auto-regenerant (strat pasiv de oxid de crom- $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) care este facilitată de imersia aliajului într-o soluție concentrată de acid azotic. Acest strat pasivant conferă rezistență la atac chimic și un grad înalt de rezistivitate electrică, ceea ce asigură astfel o protecție foarte bună împotriva coroziunii [1].

### 2.2.1.2. Stadiul actual al titanului și aliajelor de titan

Datorită proprietăților excelente a titanului, respectiv modulul de elasticitate moderat (aprox 110GPa), o bună rezistență la coroziune și a densității mici, titanul cât și aliajele de titan sunt utilizate pe scară largă ca dispozitive medicale respectiv articulații artificiale, fixatoare osoase, fixatori spinali, implant dentar etc. [2-3]. Titanul are următoarele proprietăți chimice și mecanice respectiv: densitate egală cu  $4.5 \text{ g/cm}^3$ , rezistența mecanică ( $R_m$ ), egală cu 241Mpa pentru Ti de puritate 99,175% și de 550 MPa pentru Ti de puritate 98,63%; alungire (Ti 99,175%) de 24%, refractaritate mare, rezistență mare la coroziune în medii agresive [4].

### 2.2.1.3. Stadiul actual al aliajelor de magneziu

Aliajele pe bază de magneziu au început să capteze atenția cercetătorilor astfel că au fost investigate aliaje precum Mg-8Al și Mg-4Al-0.3Mn în cazul cărora s-au observat o degradare lentă și formarea unui nou calus cât și faptul că Mg este complet resorbabil, nu este toxic, are un efect anestezic și, de asemenea, se constată că formarea cavitațiilor de gaz asociată cu implantarea aliajelor de Mg nu are efect negativ asupra organismului [5,6].

Pentru ca utilizarea implanturilor biodegradabile în aplicații ortopedice să fie posibilă acestea trebuie să îndeplinească cerințe privind proprietățile/caracteristicile acestora precum[7]: rezistența mecanică adecvată, ductilitatea, rezistența la oboseală, rezistența la biocoroziune.

## 2.2.2 Tipuri de implante pentru osteosinteză

O fractură este o discontinuitate în axul osului provocată de o suprasarcină, fiind instabilă aceasta necesită osteosinteză pentru stabilizare temporară.

Osteosinteza cu placă metalică înșurubată urmărește fixarea fracturii printr-un sistem mecanic simplu ca principiu, dar care lucrează în asimetrie pe o substanță osoasă eterogenă ca structură și comportament mecanic. În cazul fracturilor situate la extremități se utilizează sistemele de șurub-placă sau lamă-placă monobloc, introduse la joncțiunea diafizo-epifizară, care asigură o bună osteosinteză a fracturilor epifizare. Dintre sistemele de fixare existente de tip cui-placă, lamă-placă sau șurub-placă cele care prezintă rezultate favorabile sunt cele de tip șurub - placă de compresiune (DKP, DHS- pentru extremitatea superioară a femurului, DCS- pentru extremitatea inferioară a femurului).

Pentru osteosinteza izolată în vederea apropiării unor fragmente osoase se utilizează șuruburile. Există în principiu două mari categorii de șuruburi respectiv cele destinate osului cortical (șuruburi autotarodante și șurub AO), și cele destinate osului spongios care au un filetaj în formă de elice cu pas larg.

## CAPITOLUL 3 METODICA DE CERCETARE

### 3.1. Scopul tezei de doctorat

Scopul principal al tezei de doctorat a fost definirea și verificarea unui protocol de analiză a explantelor din categoria implantelor metalice pentru osteosinteză, executate din oțel inoxidabil austenitic și aliaje de titan, în vederea stabilirii cauzelor de eșec ale acestora, prin utilizarea asociată a unor metode clasice de investigare (stereomicroscopie, microscopie optică) cu unele metode moderne de investigare (microscopie electronică de baleiaj asociată cu spectroscopie de raze X cu dispersie de energie, analiza cu element finit), precum și implementarea verificării compoziției chimice și a omogenității chimice la nivelul implantului metalic prin spectrometrie SDAR-OES.

### 3.2. Obiectivele tezei de doctorat

1. Definirea și verificarea unui protocol pentru analiza explantelor de tip implante metalice pentru osteosinteză în vederea investigării și a stabilirii cauzelor de eșec ale acestora.
2. Aplicarea metodei de estimare a incertitudinii de măsurare a concentrațiilor elementale cu echipamentul SDAR-OES, pentru verificarea compoziției chimice a materialului metalic și a omogenității chimice la nivelul implantului
3. Evaluarea conformității chimice a mai multor explante de tipul implantelor metalice pentru osteosinteză
4. Stabilirea mecanismului de eșec pentru un număr de 7 explante diferite, de tipul implantelor metalice pentru osteosinteză, executate din oțel inoxidabil austenitic și aliaje de titan.
5. Evidențierea unor probleme întâlnite în practica clinică privind utilizarea șuruburilor de fixare a plăcilor de osteosinteză, fiind identificat fenomenul de coroziune în crevasa, care în asociere cu micromișcarea șuruburilor conduce la o rupere mai rapidă a acestora.
6. Utilizarea asociată a unor metode clasice de investigare (stereomicroscopie, microscopie optică) cu unele metode moderne de investigare (microscopie electronică de baleiaj asociată cu spectroscopie de raze X cu dispersie de energie, analiza cu element finit) pentru stabilirea mecanismelor de eșec în cazul implantelor metalice pentru osteosinteză, executate din oțel inoxidabil austenitic și aliaje de titan.

### 3.3 CONSTITUIREA PROTOCOLULUI PENTRU EXPLANTAREA DISPOZITIVELOR MEDICALE

În vederea identificării cauzelor care au condus la eșecul implantelor s-a constituit un protocol care a fost ulterior aplicat cazurilor studiate. Protocolul pentru explantarea dispozitivelor medicale este prezentat în tabelul 3.1.

**Tabel 3.1 Protocol pentru explantarea dispozitivelor medicale**

I. Date clinice	Informații obținute	Grad de importanță*
Fișa pacientului	Nume, Prenume, Vârstă, sex	
	Diagnostic internare	AN
	Foaie de observație clinică (număr)	PO
	Data și spitalul în care s-a efectuat implantarea	N
	Data și spitalul în care s-a efectuat explantarea	N
	Motivul explantării dispozitivului medical	AN
	Identificarea dispozitivului explantat (tip și componente)	AN
	Date privind dispozitivul medical (nr. lot, serie, producător)	DEC
Observatii	DEC	
Imagini radiologice	Identificarea componentelor rupte ale implantului	A.N

	Vizualizare calus format	
Observarea vizuală a componentelor protetice	Eventuale depozite organice și identificarea neregularităților observate	N
<b>II Date privind biomaterialul</b>	<b>Informații obținute</b>	<b>Grad de importanță *</b>
Analiza design-ului și a biomaterialelor utilizate	Corelații între design-ul implantului și tipul de afecțiune medicală	AN
	Identificarea utilizării în mod corespunzător în funcție de afecțiunea medicală	AN
<b>III Metode utilizate pentru investigarea explantului</b>	<b>Informații obținute</b>	<b>Grad de importanță *</b>
Spectrometrie de emisie optică cu excitație prin scânteie electrică în argon (SDAR-OES)	Măsurarea compoziției elementale a biomaterialului	A.N
	Estimarea omogenității chimice a biomaterialului (O/N*)	I
	Evaluarea conformității chimice a biomaterialului (C/N*)	I
Analiza macroscopică prin macrofotografie și stereomicroscopie	Identificarea mecanismelor de rupere care au condus la eșecul implantului	I
	Observarea suprafețelor de rupere și identificarea tipului de rupere	I
Încercări de microscopie optică	Identificarea caracteristicilor microstructurale tipice pentru aliajul investigat	N
	Identificarea potențialelor defecte structurale	I
Microscopie electronică de baleiaj și analiză elementală (SEM-EDS)	Măsurarea compoziției elementale în zonele de interes a biomaterialului	N
	Morfologia suprafețelor de rupere în vederea identificării mecanismelor de rupere	I
	Identificarea eventualelor neomogenități structurale (incluziuni) în zona de rupere	I
Analiza biomecanică prin metoda FEA (Analiza cu element finit)	Simularea privind distribuția tensiunilor din aliaj în funcție de tipul de implant	DEC
	Intercompararea rezultatelor obținute la simulare privind comportamentul din punct de vedere mecanic al osului și al implantului	UEC

\*I-imperativ; A.N-absolut necesar; N-necesar; DEC- dacă este cazul ; UEC-unde este cazul; PO- poate fi omis;

În urma evaluării unui număr de 20 de explante au fost identificate: 1 explant utilizat pentru osteointegrarea claviculei, 6 explante utilizate la osteointegrarea osului de tip humerus, 7 explante utilizate la osteointegrarea osului tibiei, 6 explante utilizate la osteointegrarea osului de tip femur. Criteriul de selecție al celor 7 explante investigate a fost pe baza utilizării acestora la tipul de os fracturat și al tipului de material.

În tabelul 3.2 sunt prezentate tipul de explant, tipul de os și tipul de aliaj utilizat previzionat.

**Tabel 3.2 Prezentarea probelor investigate în cadrul tezei**

Nr. crt.	Tipul de explant	Date dispozitiv	Tipul de os	Tipul aliajului previzionat	Cod probă
1	Placă anatomică, cu șuruburi blocate pentru fracturi de clavicula	C*	Clavicula	-placa – titan nealiat	<b>PS1</b>
				-șurub- titan nealiat	<b>PS1-șurub</b>
2	Placă cu șuruburi tip LCP pentru fracturi de humerus	C*	humerus	-placa – titan nealiat -șurub- titan nealiat	<b>PS2</b>
3	Tijă centromedulară Siedel	C*	humerus	Oțel inoxidabil 316L	<b>TCS3</b>
4	Tijă centromedulară tibială	C*	Tibie	aliaj Ti-6Al-4V	<b>TCT4</b>
5	Tijă centromedulară tibială titan; Șurub zăvorâre 4,5mm	C*	Gambă	aliaj Ti-6Al-4V	<b>TCT5</b>
6	Tijă centromedulară femur, universală	C*	Femur	aliaj Ti-6Al-4V	<b>TCF6</b>

7	Tijă centromedulară femur	C*	Femur	Oțel inoxidabil 316L	TCF7
---	---------------------------	----	-------	----------------------	------

*C\* Date despre dispozitiv care se cunosc însă nu pot fi menționate nominal pentru a nu se încălca dreptul de protejare al datelor cu caracter personal!*

În cele ce urmează se vor prezenta rezultatele investigațiilor asupra implanturilor extrase (explant) care au eșuat, aplicând protocolul implementat.

## **CAPITOLUL 4 REZULTATE EXPERIMENTALE PRIVIND ANALIZA EXPLANTELOR DE TIP IMPLANTE METALICE PENTRU OSTEOSINTEZA**

### 4.2. REZULTATE EXPERIMENTALE

#### 4.2.1. Proba PS1

##### 4.2.1.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat

În tabelul 4.1 sunt prezentate datele clinice existente în ceea ce privește informațiile despre pacient.

**Tabel 4.1 Date clinice ale pacientului**

PACIENT (nume, prenume, varsta, sex)	L.A., 28 de ani; masculin
DIAGNOSTIC INTERNARE	Fractură de claviculă (dreapta)
FOAIE DE OBSERVAȚIE CLINICĂ (numar)	-
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat <i>implantarea</i>	Clinica de Ortopedie 2, Spitalul Clinic Colentina București
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat <i>explantarea</i>	Clinica de Ortopedie 2, Spitalul Clinic Colentina București
MOTIVUL EXPLANTĂRII DISPOZITIVULUI MEDICAL	Ruperea implantului metalic de osteosinteză și fractură de claviculă, la 3 luni după implantarea primară
IDENTIFICAREA DISPOZITIVULUI EXPLANTAT (*tip și componente)	Placă anatomică, cu șuruburi blocate pentru fracturi de clavicula
DATE DISPOZITIV (*nr. lot și serie dispozitiv, producător)	C*
OBSERVAȚII	Nu s-a practicat imobilizarea ghipsată după efectuarea intervenției chirurgicale inițiale

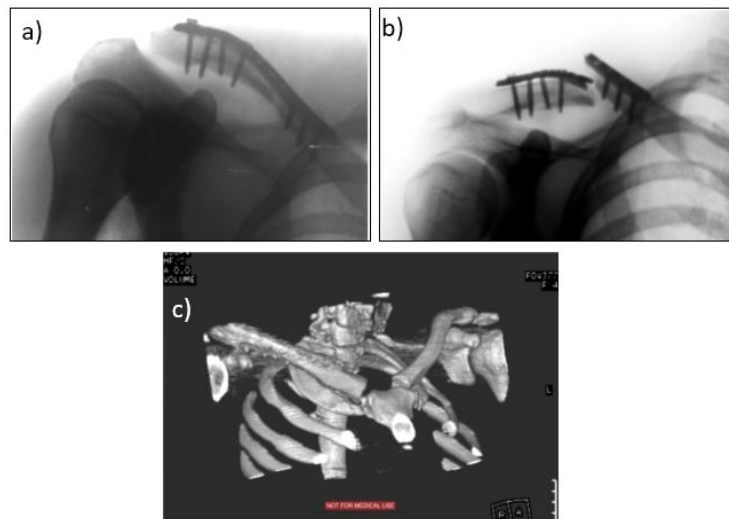


Fig. 4.2. Imagini de radiații X a probei PS1 a) înainte de rupere (implantarea inițială), b) după rupere, c) Imagine CT cu reconstrucție 3D pr-intervenția de revizie (parte a protocolului operator)

#### 4.2.1.2. Investigații privind compoziția chimică, a conformității chimice și a evaluării omogenității

##### 4.2.1.2 a) Măsurarea compoziției chimice locale

Evaluarea omogenității chimice a probei PS1 s-a realizat la nivel de epruvetă (probă), nivel la care testul de omogenitate chimică este considerat ca fiind de tip "in-bottle". Astfel, pentru evaluarea omogenității chimice s-a aplicat testul statistic t-Student utilizând deviația standard experimentală a mediilor.

Raportarea rezultatelor obținute a fost realizată în concordanță cu valorile concentrațiilor elementelor specificate în standardele ISO 5832-3:2016 (în cazul șurubului) și ISO 5832-2:2018 (în cazul plăcii). În urma aplicării testului t-Student s-a constatat că proba PS1 satisface criteriile de omogenitate pentru toate elementele specificate în standard.

În cazul probei PS1- șurub nu s-a putut efectua un număr suficient de măsurări pentru a putea aplica testul t-Student în vederea evaluării omogenității chimice din cauza dimensiunilor limitate a acestuia.

##### 4.2.1.2 b) Evaluarea conformității chimice

Evaluarea conformității chimice s-a efectuat atât în detaliu ținând cont de rezultatele măsurărilor la nivel local cât și global (sintetic) prin utilizarea mediei mediilor ( $\bar{c}$ ) și a incertitudinii mediei mediilor ( $U_{\bar{c}}$ ). Astfel, în cele ce urmează se vor prezenta rezultatele obținute.

**Tabel 4.2. Rezultatele obținute la nivel global ale testului de conformitate chimică (CC) corespunzătoare probei PS1**

Element [%]	Fe	C	N
LS <sup>1</sup>	max 0.30	max 0.1	max 0.03
LI <sup>2</sup>	-	-	-
$\bar{c}$	0.246	0.035	0.008
U [95%]	0.005	0.004	0.0025
LSB <sup>3</sup>	0.295	0.096	0.0275
LIB <sup>3</sup>	-	-	-
TCC <sup>4</sup>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>

<sup>1</sup>Limita superioară; <sup>2</sup>Limita inferioară; <sup>3</sup> Banda de acceptare; <sup>4</sup> rezultatul testului de conformitate chimică

În urma evaluării conformității chimice a tijeii la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că Ti este conform în ceea ce privește concentrațiile elementelor și



dacă sunt luate în calcul incertitudinile de măsurare extinse (U[95%]) se poate afirma că aliajul supus măsurării corespunde mărcii previzionate.

În cazul probei PS1-șurub a fost efectuată o evaluare a conformității chimice la nivel global pe baza a 5 măsurări. Astfel în tabelul 4.17 este reprezentat rezultatul testului de conformitate chimică. Pentru verificarea deviației spectrometrului SDAR-OES a fost măsurat de 10 ori materialul de referință certificat de tip MBH Analytical LTD BS T-5A. S-a calculat incertitudinile extinse (U) cu nivel de încredere de 95% asociate concentrației specificate în standard și s-a efectuat testul de evaluare a conformității chimice.

**Tabel 4.3. Rezultatele obținute la nivel global ale testului de conformitate chimică (CC)-corespunzătoare probei PS1-șurub**

Element [%]	C	N	Fe	V	Al
LS <sup>1**</sup>	max0,08	max 0.05	max 0.30	4.5	6.75
LI <sup>2**</sup>	-	-	-	3.5	5.5
$\bar{c}$	0.011	0.007	0.146	4.01	5.99
U [95%]	0.001	0.0005	0.004	0.013	0.275
LSB <sup>3</sup>	0.079	0.049	0.296	4.487	6.475
LIB <sup>3</sup>	-	-	-	3.487	5.225
TCC <sup>4</sup>	1	1	1	1	1

<sup>1</sup>Limita superioară; <sup>2</sup>Limita inferioară; <sup>3</sup> Banda de acceptare; <sup>4</sup> rezultatul testului de conformitate chimică; conform \*\*ISO 5832/3:2016: Implants for surgery - metallic materials - Part 3: Wrought Titanium 6-Aluminium 4-Vanadium alloy

În urma efectuării testului de conformitate chimică se poate afirma că șurubul satisface cerințele de conformitate cu specificația de marcă.

În concluzie, pentru ambele tipuri de probă respectiv PS1 și PS1-șurub testul de conformitate chimică relevă că acestea sunt conforme cu specificația de marcă, prin urmare neconformitatea materialului poate fi eliminată ca și factor de influență care ar fi condus la cedarea plăcii de osteointegrare.

#### 4.2.1.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere

În figura 4.3 este reprezentată macrografia implantului utilizat pentru osteosinteza fracturii apărute la clavicula dreaptă. Pentru identificarea tipului de rupere s-au analizat suprafețele de rupere prin intermediul metodei de stereomicroscopie (c,d). Eșantioanele experimentale au fost prelevate din placa cu șuruburi explantată

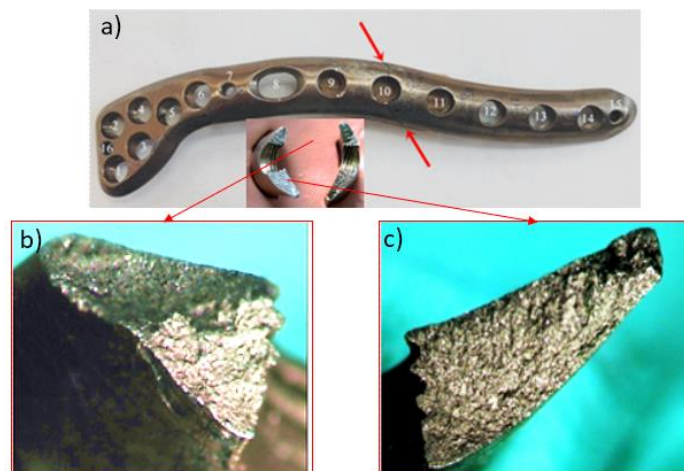


Fig. 4.3. Imagini ale suprafeței de rupere a)macrografia plăcii cu șuruburi b,c)detalii ale suprafeței de rupere

În urma analizei datelor clinice certificate și de rezultatele obținute în urma investigației prin imagistica medicală, fixarea plăcii a fost realizată prin introducerea a 7 șuruburi în găurile 2, 3, 5, 6, 12, 13, 14. Se poate observa în figura 4.3 a) că ruperea plăcii s-a produs în dreptul găurii 10 iar în imaginea inserată se poate observa suprafața de rupere. În figura 4.3 b,c) sunt reprezentate detalii ale suprafeței de rupere care relevă aspectul zonelor de rupere și implicit tipul de rupere respectiv rupere de tip fragil.

În figura 4.4 sunt reprezentate imagini de microscopie optică a celor două probe rezultate respectiv proba 1 în secțiune longitudinală și proba 2, în secțiune transversală.

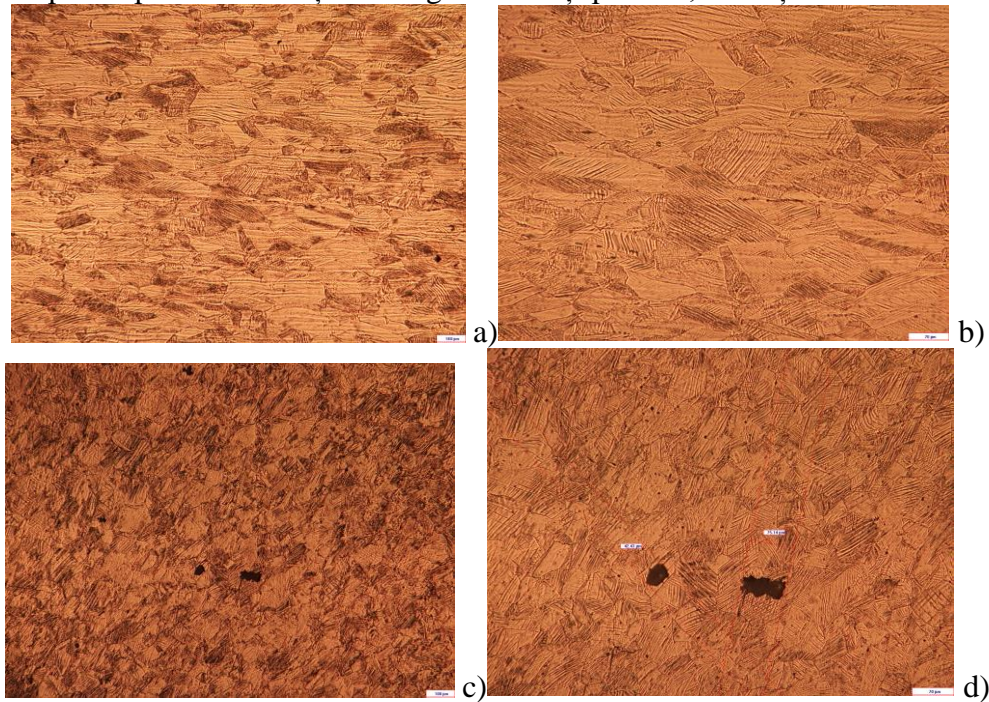


Fig. 4.4. Imagini de microscopie optică ale probelor 1 și 2 (Proba PS1); a, b) secțiune longitudinală; c, d) secțiune transversală.

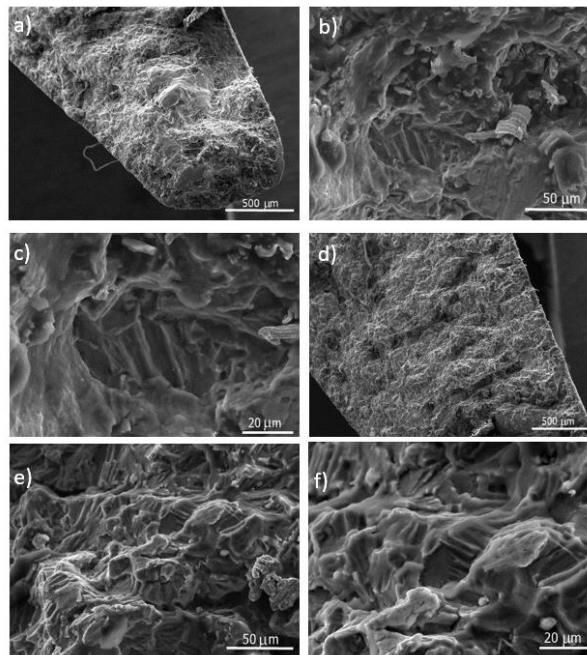


Figura 4.5. Imagini SEM a suprafeței de rupere a) morfologia suprafeței de rupere a zonei I, b) detaliu asociat figurii a), c) detaliu asociat figurii b); d) morfologia suprafeței de rupere a zonei II, e) detaliu asociat figurii d), f) detaliu asociat figurii e)

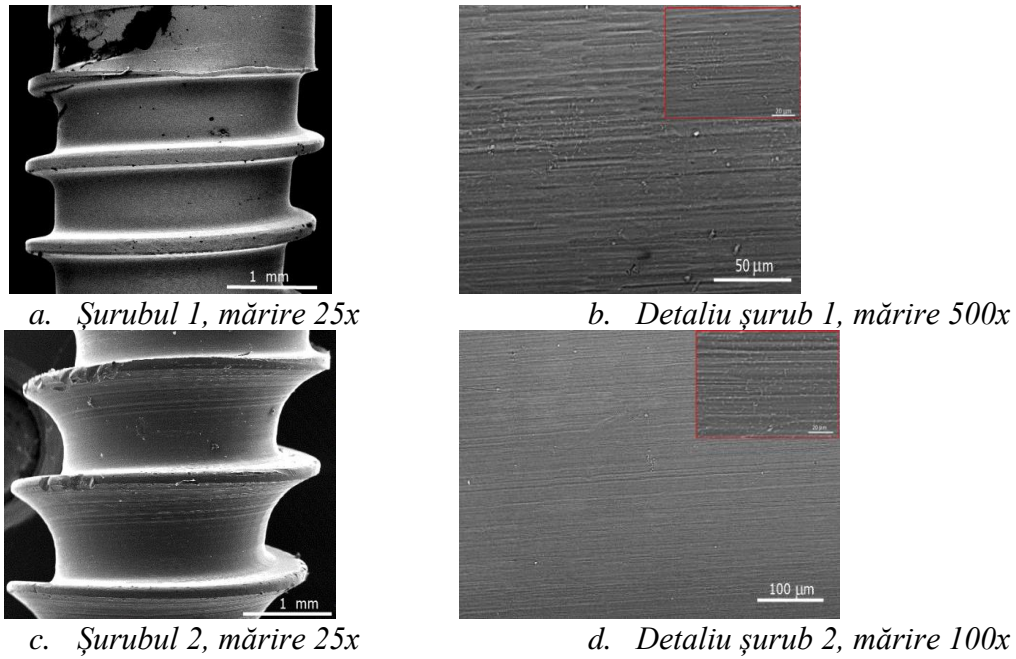


Figura 4.6. Imagini SEM a două șuruburi a) șurub 1 b) detaliu asociat figurii a); c)șurub 2 d)detaliu asociat figurii d)

În urma analizei SEM se poate observa în figura 4.6 (a) tendința de aplatizare a nervurii elicoidale a șurubului 10 ca urmare a forței exercitate de către placă în urma producerii ruperii acesteia.

#### 4.2.1.4. Analiza cu element finit

Datorită faptului că materialele utilizate în cazul osteosintezei nu au prezentat defecte de material iar compoziția chimică a fost conformă cu specificațiile de material, a fost nevoie de o simulare a comportamentului din punct de vedere mecanic al plăcii stabilizatoare pentru a identifica posibilele cauze care ar fi putut conduce la eșecul implantului. Astfel, simularea comportamentului plăcii s-a realizat prin analiza cu element finit Ansys 12.0. în cadrul programului de analiză a fost utilizat modelul de simulare prestabilit pentru placa cu șuruburi (figura 4.7).

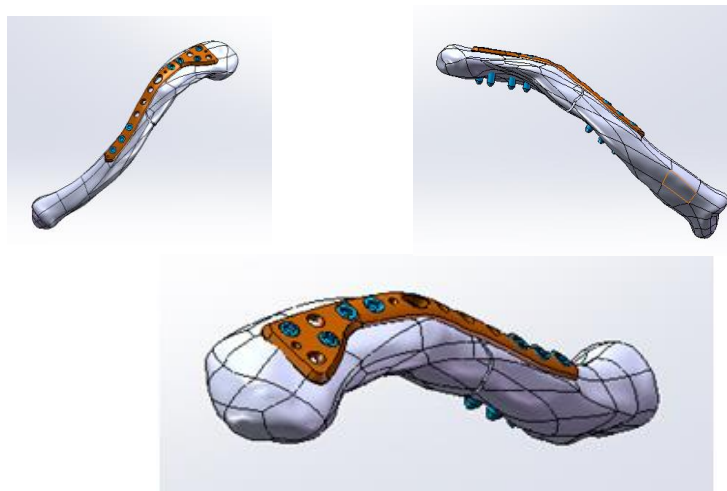


Fig. 4.7. Modelul de simulare al plăcii cu șuruburi pentru fracturi de humerus

Pentru a identifica tensiunile care acționează asupra plăcii de stabilizare a claviculei atunci când ansamblul este supus anumitor sarcini a fost nevoie de simularea a două tipuri de solicitări..

Pentru efectuarea FEA a plăcii au fost selectate următoarele condiții respectiv: analiză structurală statică, împărțirea structurii în elemente finite (discretizarea structurii) respectiv elemente tetraedrice cu dimensiunea de 2 mm, stabilirea contactelor elementelor finite la limitele de contur ale acestora (figura 4.7 a, b) și introducerea datelor privind proprietățile chimice și fizice ale materialului atât a materialului cât și ale osului.

De asemenea, ambele analize folosesc aceeași model geometric și schemă de încărcare.

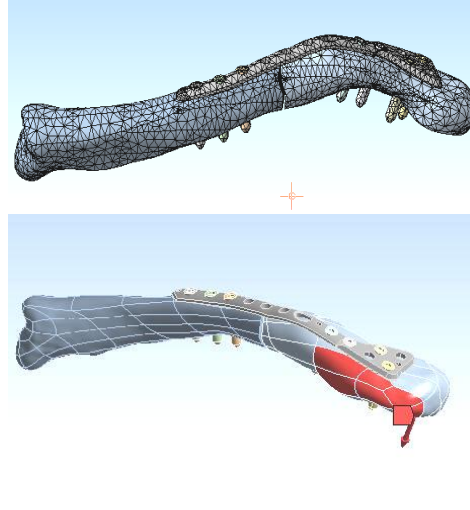


Fig. 4.8 Imagine reprezentativă a condițiilor stabilite pentru FEA a) Discretizarea structurii – rețea caracteristică ansamblului; b) stabilirea condițiilor pe contur

În una analizei FEA cu condițiile corespunzătoare solicitării I au fost identificate două aspecte:  
- distribuția tensiunii urmează direcția de fractură a osului  
- prin încărcarea claviculei în direcția deltoideului anterior cu mai mult de 150 N, valorile tensiunilor depășesc limita de curgere a materialului. În acest caz, fenomenul rupere a materialului poate avea loc prin inițierea și propagarea fisurilor care au ca rezultat cedarea plăcii.

Pentru cel de-al doilea tip de solicitare (solicitarea II) analiza simulării comportamentului plăcii cu șuruburi s-a realizat în același mod ca și în cazul primului tip de solicitare, cu diferența că în acest caz aplicarea forțelor va fi localizată în altă zonă. În figura 4.9 este reprezentat rezultatul simulării respectiv distribuția totală a tensiunii elastice echivalente (Von Mises) la o încărcare de 300 N în urma activării pectoralului major.

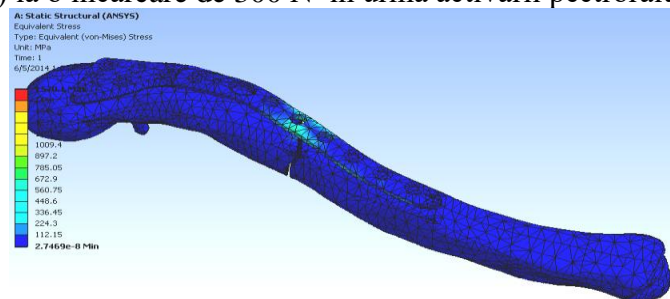


Fig. 4.9. Imagine reprezentativă a distribuției tensiunii (echivalentă Von Mises) la o încărcare de 300N

## 4.2.2 Proba PS2

#### 4.2.2.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat

În tabelul 4.4 sunt prezentate datele clinice ale pacientului, iar în figura 4.14 sunt redată imagini ale fracturii osoase obținute prin radiologie convențională.

**Tabel.4.4 Date clinice ale pacientului**

PACIENT (nume, prenume, varsta, sex)	X.X., 62 de ani; masculin
DIAGNOSTIC INTERNARE	Fractură transversală de humerus - întârziere de consolidare după tratament ortopedic
FOAIE DE OBSERVAȚIE CLINICĂ (numar)	-
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat <i>implantarea</i>	Clinica de Ortopedie 2, Spitalul Clinic Colentina București
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat <i>explantarea</i>	Clinica de Ortopedie 2, Spitalul Clinic Colentina București
MOTIVUL EXPLANTĂRII DISPOZITIVULUI MEDICAL	Ruperea implantului metalic de osteosinteză și pseudartroză de humerus, la 2 luni după o a 2-a fractură
IDENTIFICAREA DISPOZITIVULUI EXPLANTAT (*tip și componente)	Placă cu șuruburi tip LCP pentru fracturi de humerus
DATE DISPOZITIV (*nr. lot și serie dispozitiv, producător)	<b>C*</b>
OBSERVAȚII	Pacientului i s-a recomandat să urmeze un program postoperator standard cu imobilizare pentru primele trei săptămâni, urmat de trei săptămâni de mișcare pasivă și o perioadă de mișcare activă după aceea.

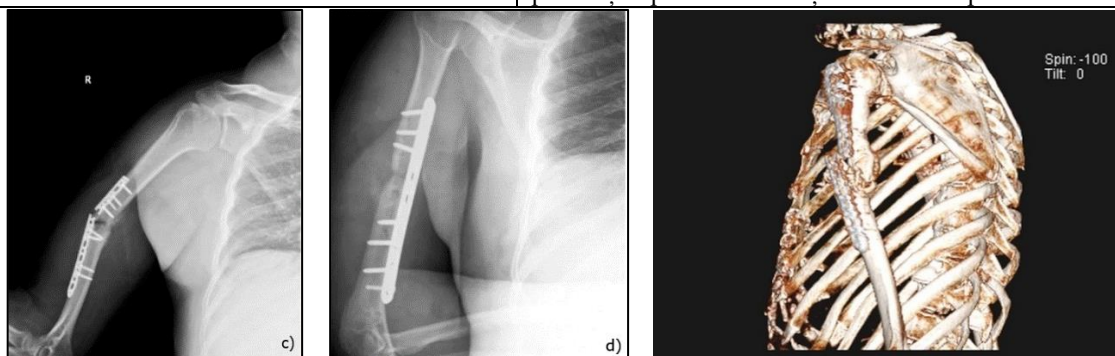


Fig. 4.10. Imagini de radiografie a) a osului fracturat, b) a plăcii cu șuruburi--implantarea inițială, c) a plăcii cu șuruburi după rupere, d) după revizie cu placă tip LCP Synthes și autogrefă în focar de pseudartroză, e) Imagine CT cu reconstrucția 3D [153]

#### 4.2.2.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale

##### 4.2.2.2 a) Măsurarea compoziției chimice locale

Evaluarea omogenității chimice a plăcii de tip LCP, explantată s-a realizat la nivel de epruvetă (probă), nivel la care testul de omogenitate chimică este considerat ca fiind de tip "in-bottle". Astfel, pentru evaluarea omogenității chimice s-a aplicat testul statistic t-Student utilizând deviația standard experimentală a mediilor.

Raportarea rezultatelor obținute a fost realizată în concordanță cu valorile concentrațiilor elementelor specificate în standardul ISO 5832-2 [150].

În urma aplicării testului t-Student, s-a constatat că proba PS2 satisface criteriile de omogenitate pentru toate elementele specificate în standard.

#### 4.2.2.2 b) Evaluarea conformității chimice

Evaluarea conformității chimice s-a efectuat atât în detaliu ținând cont de rezultatele măsurărilor la nivel local cât și global (sintetic) prin utilizarea mediei mediilor ( $\bar{c}$ ) și a incertitudinii mediei mediilor ( $U_{\bar{c}}$ ). Astfel, în cele ce urmează se vor prezenta rezultatele obținute.

**Tabel 4.5. Rezultatele obținute la nivel global ale testului de conformitate chimică (CC) corespunzătoare probei PS2**

Element [%]	Fe	C	N
LS <sup>1</sup>	max 0.30	max 0.1	max 0.03
LI <sup>2</sup>	-	-	-
$\bar{c}$	0.269	0.034	0.018
U [95%]	0.005	0.004	0.0026
LSB <sup>3</sup>	0.295	0.096	0.0274
LIB <sup>3</sup>	-	-	-
TCC <sup>4</sup>	1	1	1

<sup>1</sup>Limita superioară; <sup>2</sup>Limita inferioară; <sup>3</sup>Banda de acceptare; <sup>4</sup>rezultatul testului de conformitate chimică

În urma evaluării conformității chimice a plăcii la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că Ti cp Gr2 este conform în ceea ce privește concentrațiile elementelor și dacă sunt luate în calcul incertitudinile de măsurare extinse ( $U(95\%)$ ) se poate afirma că aliajul supus măsurării **corespunde** mărcii previzionate.

#### 4.2.2.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere

Din punct de vedere al aspectului general al suprafeței implantului se poate observa că acesta prezintă urme pronunțate de zgâriere în jurul zonei de rupere a implantului (figura 4.11). Aceste urme se datorează procesului de recuperare a implantului efectuat cu dispozitive chirurgicale. La nivel macroscopic nu s-au identificat caracteristici specifice coroziunii.



Fig. 4.11 Macrografia explantului de tip LCP

De asemenea, se poate observa în figura 4.11 că ruperea implantului la cea de-a 6-a gaură de la capătul apropiat al humerusului s-a produs, aparent în linie dreaptă, dar care formează în raport cu axa longitudinală a plăcii un unghi de 76 grade în partea dreaptă respectiv 65 grade în partea stângă [153].

Investigarea fractografică a suprafețelor de rupere relevă faptul că suprafețele prezintă caracteristici specifice ale uzurii adevive (figura 4.12 a-e). Suprafețele au fost în contact sub forțe de compresiune pentru o perioadă îndelungată.

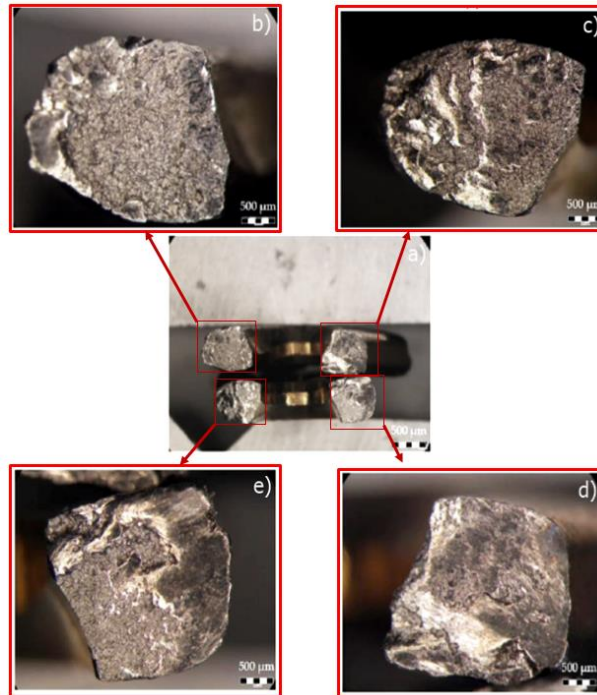


Fig. 4.12 Imagini ale suprafeței de rupere a) fractografică întregii zone de rupere; b-e) detalii ale suprafeței de rupere [153]

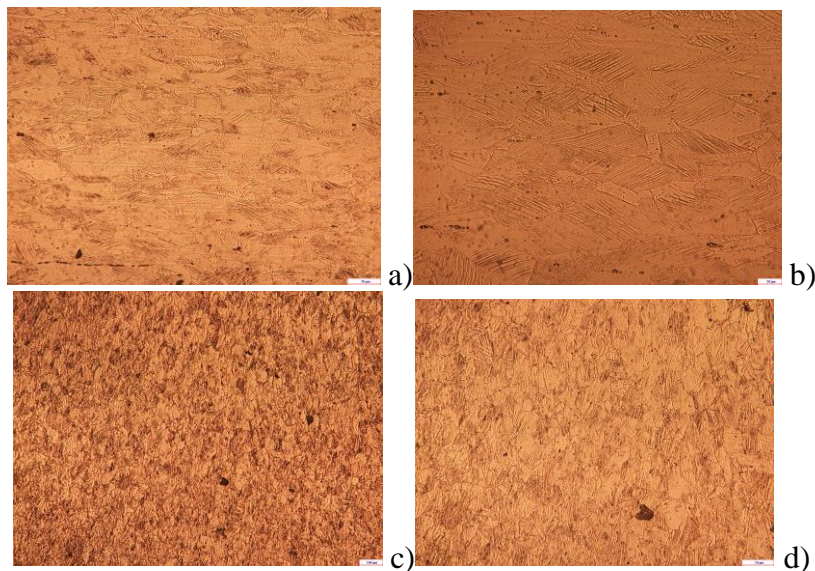


Fig. 4.13. Imagini de microscopie optică ale probelor 1 și 2 (Proba PS2); a, b) secțiune longitudinală; c, d) secțiune transversală.

În figura 4.13 se observă o microstructură caracteristică titanului cp cu grăunți deformați după direcția de curgere a materialului, maclele din cadrul fiecărui grăunte fiind proporționale cu nivelul de tensiuni remanente. Mărimea de grăunte se poate observa în secțiune transversală, aceasta fiind aproximată la un diametru echivalent de cca.  $35\div 50$  micrometri. Se observă totodată prezenta unor incluziuni de mărime comparabilă cu cea a grăunților.

Pentru a fundamenta fenomenele/modurile de rupere care a avut loc în cazul explantului de tip LCP s-au efectuat investigații în zona de rupere a acestuia utilizând metoda SEM. De asemenea s-au efectuat analize EDS pentru a determina compoziția chimică.

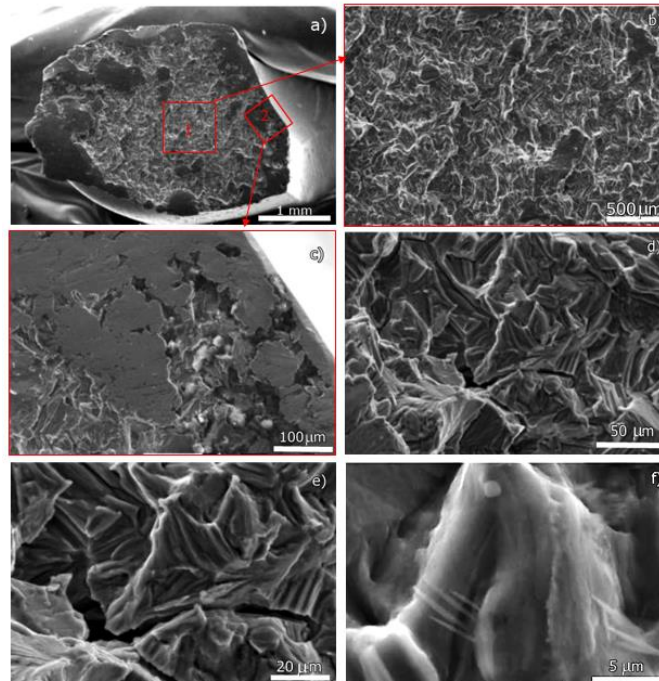


Fig. 4.14 Imagini SEM ale suprafeței de rupere a) imagine de ansamblu a suprafeței de rupere b) detaliu asociat figurii a)-zona 1; c) detaliu asociat figurii a)-zona 2; d) detaliu asociat figurii c); e) detaliu asociat figurii d); f) detaliu asociat figurii e)

Imaginile din figura 4.14 e,f prezintă aspecte morfologice specifice clivajului, în direcția fisurii locale. Cea de-a doua suprafață de rupere reprezentativă este redată în figura 4.14 a). Această suprafață corespunde cu partea care a cedat prima și se poate observa că prezintă pe aproape toată suprafața aspecte morfologice specifice uzurii. De asemenea se remarcă faptul că prezintă neuniformități ale conturului piesei similar cu suprafața prezentată anterior [153].

#### 4.2.2.4. Analiza cu elemente finite

Pentru a investiga influența modului de solicitare al humerusului asupra plăcuței de stabilizare implantată s-a efectuat construcția modelului geometric prin introducerea datelor materialelor respectiv al proprietăților Ti și al osului (tabel 4.36) și parcurgerea a 3 etape.

Etapele care au fost parcurse pentru construcția modelului geometric sunt:

- a) reconstrucția osului humeral redat în imaginea CT, cu ajutorul software-ului Mimics
- b) proiectarea elementelor mecanice: placă și șuruburi, cu ajutorul programului de proiectare asistat de computer SolidWorks 2013
- c) constrângeri de asamblare și constrângeri geometrice

În figura 4.15 sunt prezentate: împărțirea structurii în elemente finite (discretizarea structurii) pe modelul stabilit (163485 elemente, 94234 noduri), încărcările și restricțiile stabilite (punct fix de sprijin (A) mușchi de flexie (B și D), mușchi de abducție (E și F), mușchi de rotație (C) și reacție articulară (G)), stabilirea contactelor elementelor finite între părțile implicate (figura 4.15 c,d,e), pentru utilizarea în simulare (Ansys 13).



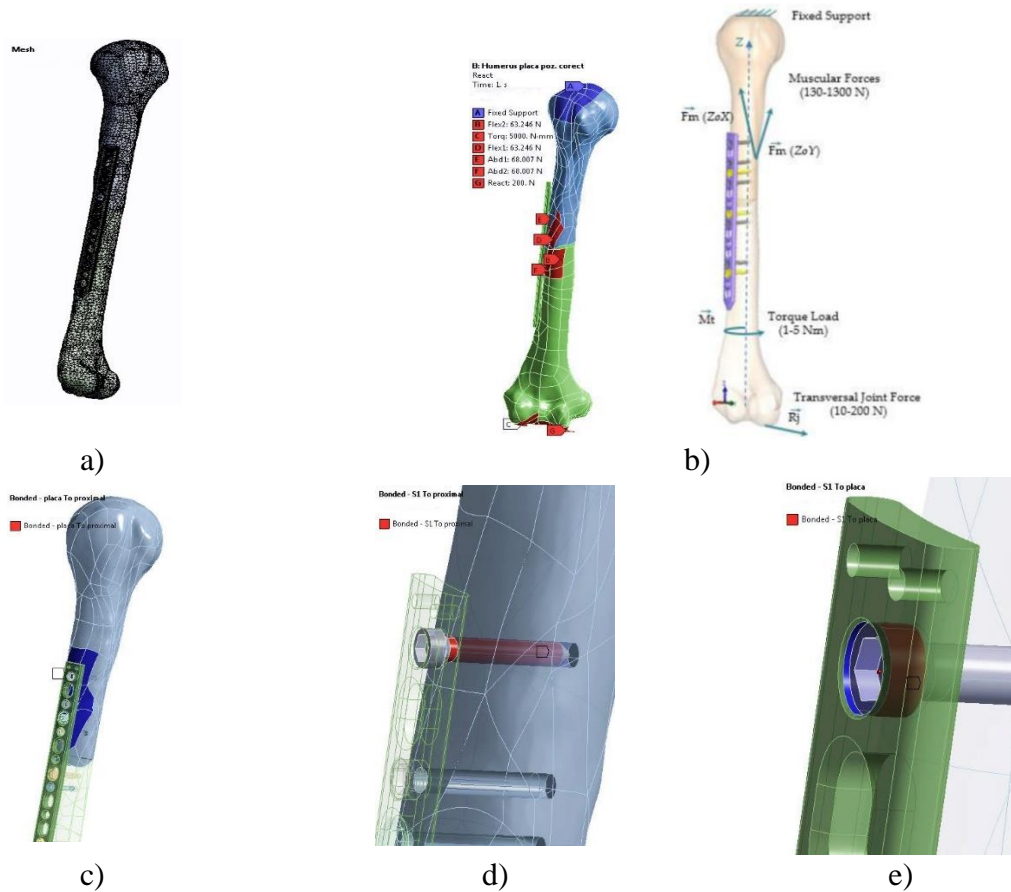


Fig. 4.15 Reprezentarea schematică a structurii și a poziției constrângerilor aplicate a) structura rețelei; b) încărcărilor și restricțiilor stabilite; c) contact placă-os; d) contact os-șurub; e) contact placă-capul șurubului

Pentru a determina comportarea ansamblului placă-os supus anumitor sarcini a fost nevoie de simularea a 4 tipuri de sollicitări de mișcare. Astfel au fost luate în calcul următoarele scenarii: scenariul I care implică flexia humerusului, scenariul II care implică abducția humerusului, scenariul III care implică mișcarea de rotație a humerusului iar scenariul IV care implică extensia/

**Scenariul de încărcare I.** Se referă la sollicitările care apar în plăcuță atunci când subiectul încearcă să realizeze flexia humerusului, cu ajutorul mușchii deltoidei, în timp ce la nivelul palmei acționează discret greutatea de 1, 3, 5, 8 respectiv 10 Kg.

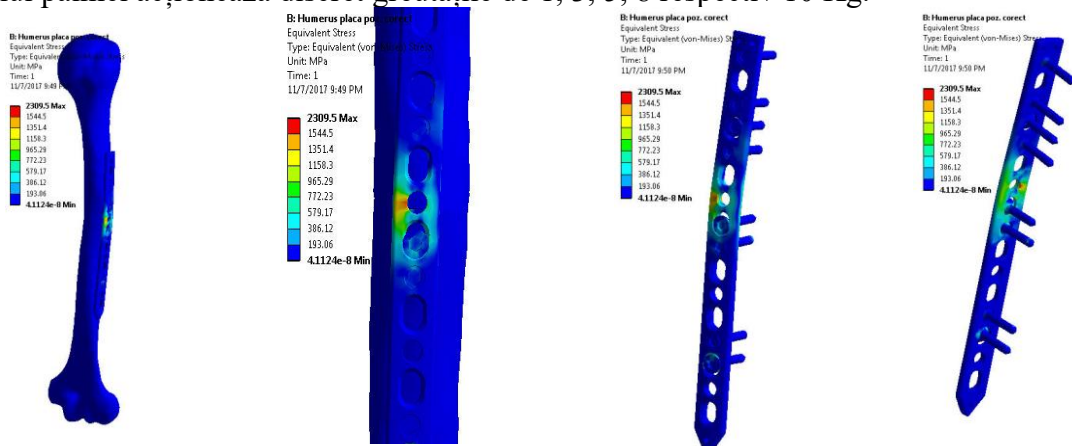


Fig. 4.16 Distribuția tensiunii echivalente în placă: a) imagine de ansamblu placă-os; b) detaliu placă-os (vedere laterală) asociată figurii a); c) imagine de ansamblu a plăcii cu șuruburi (vedere laterală față); d) imagine de ansamblu a plăcii cu șuruburi (vedere laterală din spate)

**Al II-lea scenariu de încărcare** se referă la solicitările care apar în placă atunci când subiectul încearcă să realizeze abducția humerusului, în timp ce la nivelul palmei acționează discret aceleași greutatea ca și în cazul primului scenariu. În figura 4.17 este reprezentată distribuția tensiunilor echivalente von Mises în placa LCP atunci când aceasta ridică o masă de 10 Kg.

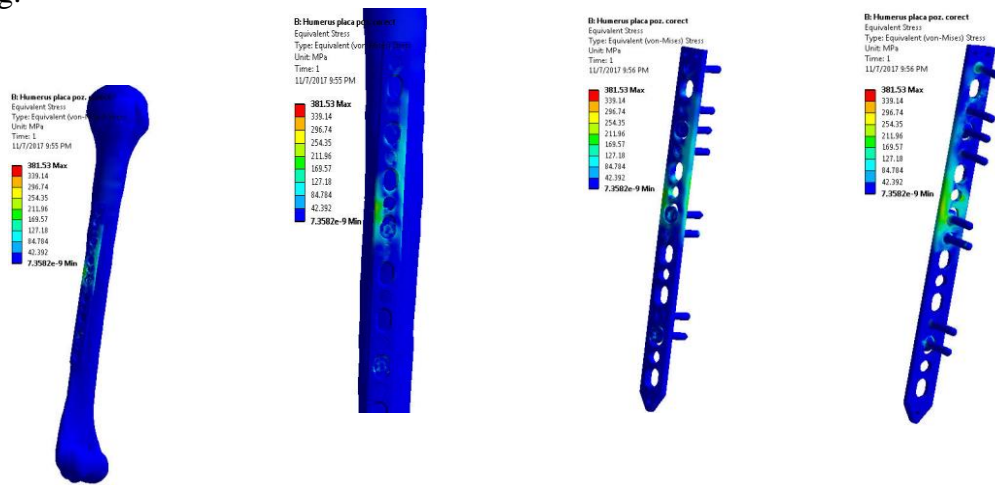


Fig. 4.17 Distribuția tensiunii echivalente în placă: a) imagine de ansamblu placă-os; b) detaliu placă-os (vedere laterală); c) imagine de ansamblu a plăcii cu șuruburi (vedere laterală din față); d) imagine de ansamblu a plăcii cu șuruburi (vedere laterală din spate)

**Al III-lea scenariu** simulează tendința de rotație realizată la nivelul coafei rotatorilor și a deltoidului. Valorile utilizate în acest caz sunt de moment de torsiune și nu de forță. Nivelul solicitării de torsiune a fost considerat constant de-a lungul întregului lanț cinetic, și aplicat în jurul axei Z. În figura 4.18 este reprezentată distribuția tensiunilor echivalente von Mises în placa LCP [153].

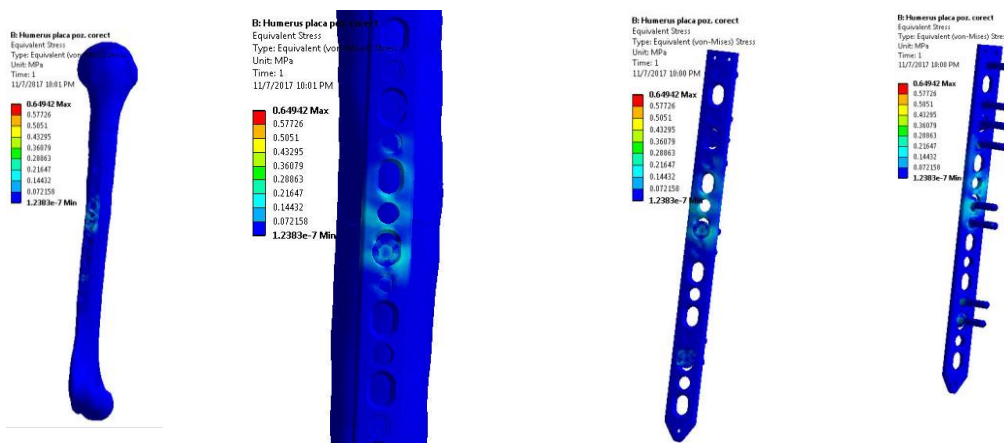


Fig. 4.18 Distribuția tensiunii echivalente în placă la aplicarea unui cuplu de 5Nm: a) imagine de ansamblu placă-os; b) detaliu placă-os (vedere laterală); c) imagine de ansamblu a plăcii cu șuruburi (vedere laterală din față); d) imagine de ansamblu a plăcii cu șuruburi (vedere laterală din spate)

Ultimul scenariu (IV) simulează o acțiune de tragere sau împingere cu mâna a unui obiect care să genereze în articulația cotului o reacțiune de 10, 30, 50, 100 respectiv 200 N și care să aibă direcția perpendiculară pe axa longitudinală a humerusului. În acest caz se observă că peste valoarea de 100 N, tensiunile din placă în zona critică depășesc limita de rupere.

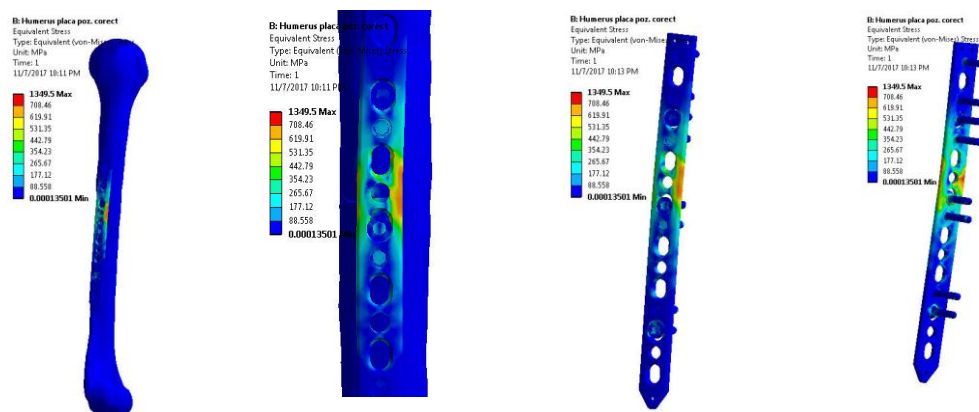


Fig. 4.19 Distribuția tensiunii echivalente în placă: a) imagine de ansamblu placă-os; b) detaliu placă-os (vedere laterală); c) imagine de ansamblu a plăcii cu șuruburi (vedere laterală din față); d) imagine de ansamblu a plăcii cu șuruburi (vedere laterală din spate)

### Proba TCS3

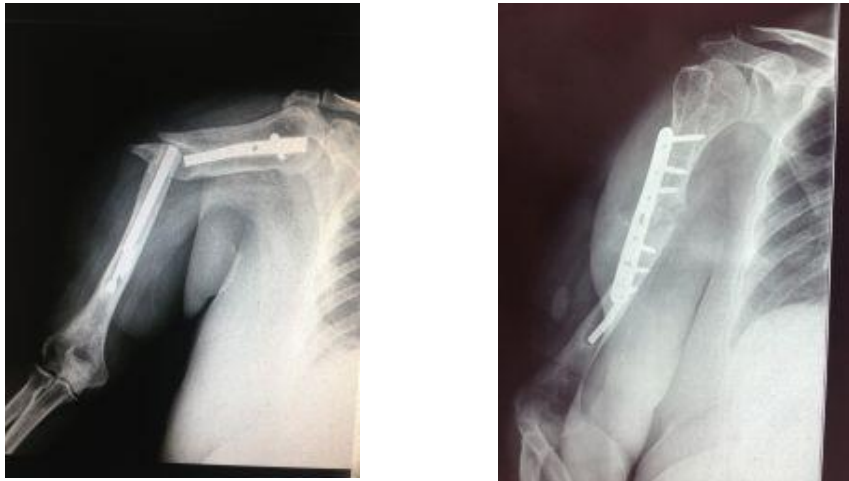
#### 4.2.2.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat

#### 4.2.3.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat

În tabelul 4.7 sunt prezentate datele clinice ale pacientului conform protocolului stabilit, iar în figura 4.20 sunt prezentate imagini ale fracturii osoase obținute prin radiologie convențională.

**Tabel 4.7 Date clinice ale pacientului**

PACIENT (nume, prenume, vârsta, sex)	S. L.A. , 64 ani, F.
DIAGNOSTIC INTERNARE	Status post fractură humerus drept operată în urmă cu 8 ani. Pseudoartroza humerus drept. Material de osteosinteză deteriorat.
FOAIE DE OBSERVAȚIE CLINICĂ (număr)	1334
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat implantarea	2005 ; alt serviciu
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat explantarea	2013 , SCUB Floreasca
MOTIVUL EXPLANTĂRII DISPOZITIVULUI MEDICAL	Pseudoartroza cu deteriorarea materialului de osteosinteză
IDENTIFICAREA DISPOZITIVULUI EXPLANTAT (*tip și componente)	Tijă centromedulară Seidel; Șurub zăvorâre proximala 4,5mm; Șurub expandare.



a)

b)

Fig. 4.20 Imagini de CT a plăcii cu șuruburi a) după rupere b) după înlocuirea implantului de osteosinteză

#### 4.2.3.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale

##### 4.2.3.2 a) Măsurarea compoziției chimice locale

Estimarea omogenității chimice a tije centromedulare explantată s-a realizat la nivel de epruvetă (probă), nivel la care testul de omogenitate chimică este considerat ca fiind de tip "in-bottle". Astfel, pentru evaluarea omogenității chimice s-a aplicat testul statistic t-Student utilizând deviația standard experimentală a mediilor.

##### 4.2.3.2 b) Evaluarea conformității chimice

Evaluarea conformității chimice s-a efectuat atât în detaliu ținând cont de rezultatele măsurărilor la nivel local cât și global (sintetic) prin utilizarea mediei mediilor ( $\bar{C}$ ) și a incertitudinii mediei mediilor ( $U_{\bar{C}}$ ).

**Tabel 4.8. Rezultatele testului de conformitate chimică (CC) la nivel global**

Element [%]	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu
LS <sup>1</sup>	max 0,030	max 1.0	max 2.0	max 0.025	max 0.1	19	15	3.5	max 0.1	max 0.5
LI <sup>2</sup>	-	-	-	-	-	17	13	2.25	-	-
$\bar{C}_m$	0.024	0.421	1.76	0.013	0.004	17.21	14.15	2.77	0.093	0.086
U [95%]	0.002	0.03	0.01	0.003	0.001	0.1	0.01	0.02	0.01	0.01
LSB <sup>3</sup>	0.028	0.97	1.99	0.022	0.009	18.9	14.99	3.48	0.99	0.49
LIB <sup>3</sup>	-	-	-	-	-	17.1	13.1	2.29	-	-
TCC <sup>4</sup>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>

<sup>1</sup>Limita superioară; <sup>2</sup>Limita inferioară; <sup>3</sup> Banda de acceptare; <sup>4</sup> rezultatul testului de conformitate chimică

În urma evaluării omogenității chimice elementele C și Si nu satisfac condițiile de omogenitate. Cu toate acestea, se poate observa că acestea satisfac cerințele de conformitate cu specificația de marcă.

În urma evaluării conformității chimice a tije la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că proba TCS3 **este conformă** în ceea ce privește concentrațiile elementelor și dacă sunt luate în calcul incertitudinile de măsurare extinse (U[95%]) aceasta se încadrează în limitele specificate..

În concluzie tija supusă măsurării **corespunde** mărcii previzionate respectiv 316L.

#### 4.2.3.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM-EDS) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere

În urma investigațiilor din punct de vedere macroscopic se observă că ruperea s-a produs în jumătatea proximală a tijei iar suprafața implantului prezintă urme pronunțate de zgâriere în jurul zonei de rupere a implantului (figura 4.21). Aceste urme se datorează procesului de recuperare a implantului efectuat cu dispozitive chirurgicale [154].



Fig. 4.34 Imagine macroscopică a tijei centromedulare Siedel cu indicarea zonei de rupere

În figura 4.21 sunt redată imagini de stereomicroscopie efectuate pe suprafața de rupere a celor două componente care formează tija centromedulară Siedel.

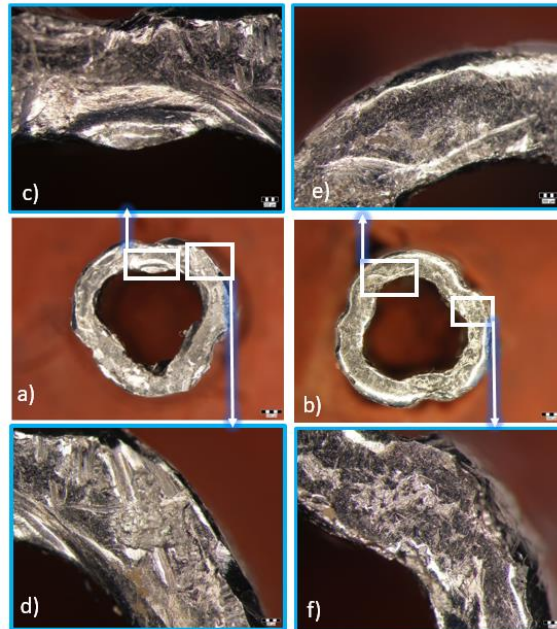


Fig. 4.22. Imagini ale suprafeței de rupere a celor două părți ale tijei a) fractografica întregii zone de rupere; b,e) detalii ale suprafețelor de rupere; c,d) detalii de suprafață asociate zonelor din figura b); f,g) detalii de suprafață asociate zonelor din figura e) [154]

În figura 4.22a,b) sunt prezentate suprafețele de rupere la nivel global a celor două componente a tijei.

În figura 4.23 sunt reprezentate imagini de microscopie optică a probei rezultate.

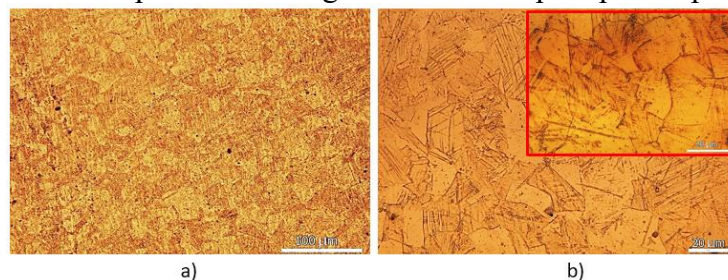


Fig. 4.23. Imagini de microscopie optică corespunzătoare probei TCS3

Figura 4.23 pune în evidență o structură tipică a oțelului austenitic inoxidabil, respectiv soluția solidă de tip austenită.

În imaginea de ansamblu corespunzătoare unei zone din suprafața de rupere a tijei (figura 4.24 a) se observă că suprafața are aspect neted tipic pentru fenomenul de propagare a fisurilor în timpul oboselii materialului dar în același timp prezintă și o regiune în care s-a produs ruperea propriu-zisă (finală) și care prezintă diferite aspecte morfologice.

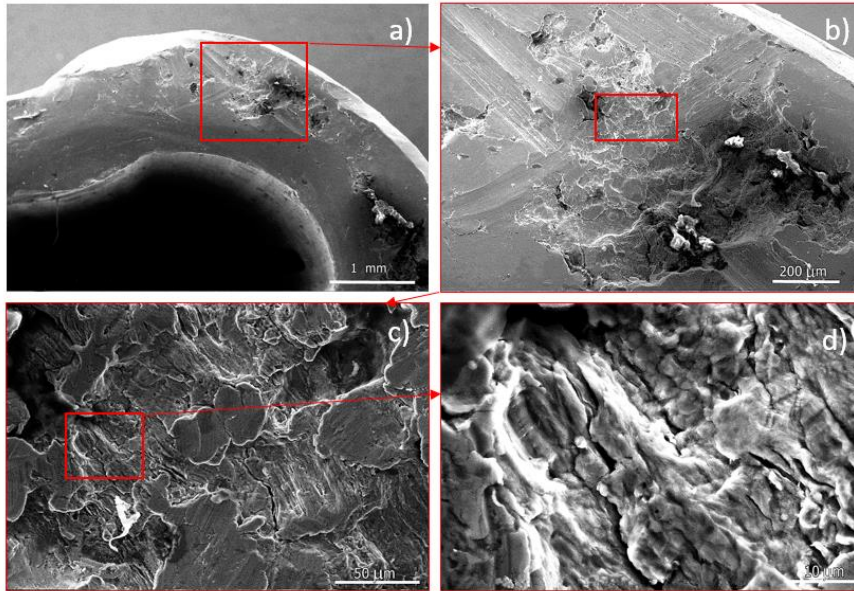


Fig. 4.24 Imagini SEM ale suprafeței de rupere a) imagine de ansamblu a unei porțiuni din tijă b) detaliu asociat figurii a); c) detaliu asociat zonei marcate din figura b); d) asociat zonei marcate din figura b)

În figura 4.24 b se observă urme cauzate de instrumentul utilizat de medic în timpul manevrei de îndepărtare a implantului. Se observă că fisurile la nivel microscopic sunt orientate pe aceeași direcție respectiv NV-SE și se extind pe diferite planuri cu distribuție de tip ramificație așa cum relevă figura 4.24 d).

Efectuarea analizelor de stereomicroscopie, microscopie optică și microscopie electronică de baleiaj au eliminat imperfecțiunile de pregătire și procesare a materialelor drept cauze de rupere. Lipsa incluziunilor în zona de rupere sau a unor potențiale defecte structurale reprezintă o dovadă că materialul din care a fost realizat implantul nu constituie cauza de rupere a acestuia.

După o analiză atentă a datelor clinice, ruperea tijei centromedulare poate fi atribuită ruperii la oboseală, datorită uzurii la care aceasta a fost supusă în cei 8 ani în care a fost implantată.

În concluzie, ruperea a fost cauzată de uzura în timp a materialului.

## 4.2.4 Proba TCT4

### 4.2.4.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat

În tabelul 4.9 sunt prezentate datele clinice ale pacientului conform protocolului stabilit, iar în figura 4.25 sunt prezentate imagini ale fracturii osoase obținute prin radiologie convențională.

**Tabel 4.9 Date clinice ale pacientului**

PACIENT (nume, prenume, varsta, sex)	B.M. 43 ani, M.
DIAGNOSTIC INTERNARE	Întârziere de consolidare fractură tibială distală dreaptă operată Material de osteosinteză deteriorat.
FOAIE DE OBSERVATIE CLINICA (numar)	-
DATA si SPITALUL in care s-a efectuat <i>implantarea</i>	2017 ; alt serviciu
DATA si SPITALUL in care s-a efectuat <i>explantarea</i>	2017, SCUB Floreasca
MOTIVUL EXPLANTARII DISPOZITIVULUI MEDICAL	Consolidarea parțială a unei fracturi cominutive cu deteriorarea materialului de osteosinteză - tija zăvorâtă
IDENTIFICAREA DISPOZITIVULUI EXPLANTAT (*tip și componente)	Tijă centromedulară tibială
DATE DISPOZITIV (*nr. lot și serie dispozitiv, producator)	C*
OBSERVATII	Componenta de zăvorâre distală cu 3 șuruburi - dintre care 2 distale au fost stabile dar mobilitatea transmisă prin focar din proximal a condus la ruperea tije la nivelul unuia dintre orificiile de zăvorâre



Fig. 4.25. Radiografii ale zonei implantate- tija centromedulară (față+profil 1/3 distală gambă cu implant in situ)

4.2.4.2. *Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale*

#### 4.2.4.2.a) Măsurarea compoziției chimice locale

Raportarea rezultatelor obținute a fost realizată în concordanță cu valorile concentrațiilor elementelor specificate în standardul ISO 5832-3:2016 [151].

În urma aplicării testului t-Student s-a constatat că proba satisface criteriile de omogenitate pentru toate elementele identificate respectiv C,Al,Cr,Mo,Fe,Si,Sn.

#### 4.2.4.2.b) Evaluarea conformității chimice

Evaluarea conformității chimice s-a efectuat atât în detaliu ținând cont de rezultatele măsurărilor la nivel local cât și global (sintetic) prin utilizarea mediei mediilor ( $\bar{c}$ ) și a incertitudinii mediei mediilor ( $U_{\bar{c}}$ ). Astfel, în cele ce urmează se vor prezenta rezultatele obținute.

**Tabel 4.10. Rezultatele obținute la nivel global ale testului de conformitate chimică (CC) corespunzătoare probei TCT4**

Element [%]	C	N	Fe	V	Al	Cr	Mo	Sn	Si
LS <sup>1**</sup>	max0,08	max 0,05	max 0,30	4,5	6,75	-	-	-	-
LI <sup>2**</sup>	-	-	-	3,5	5,5	-	-	-	-
$\bar{c}$	0,039	-	0,331	-	6,35	1,90	2,52	0,96	0,295
U [95%]	0,002	-	0,01	-	0,027	0,024	0,03	0,03	0,020
LSB <sup>3</sup>	0,078	-	0,29	-	6,72	-	-	-	-
LIB <sup>3</sup>	-	-	-	-	5,47	-	-	-	-
TCC <sup>4</sup>	1	1	0	0	1				

<sup>1</sup>Limita superioară; <sup>2</sup>Limita inferioară; <sup>3</sup>Banda de acceptare; <sup>4</sup>rezultatul testului de conformitate chimică

În urma evaluării conformității chimice a tijeii la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că aliajul **nu este conform** în ceea ce privește concentrațiile elementelor așa cum este evidențiat și în tabelul 4.76. Astfel, aliajul supus măsurării nu corespunde mărcii previzionate respectiv Ti-6Al-4V [151]. De asemenea, nu s-a putut identifica un tip de aliaj biocompatibil care să fie similar aliajului investigat. Acest fapt poate justifica comportarea necorespunzătoare a implantului respectiv și reprezintă un caz evident de **malpraxis!**

#### 4.2.4.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere

În urma investigațiilor la nivel macroscopic se observă că ruperea tijeii centromedulare s-a produs la sistemul de zăvorâre distal iar la acest nivel de investigare nu se observă zgârieturi pe suprafața implantului (care puteau fi realizate în momentul inserării în corpul uman) și nici de frecare excesivă a șurubului (figura 4.26).



Fig. 4.26 Imagine de ansamblu a tijeii



În figura 4.41 sunt redată imagini de stereomicroscopie efectuate pe suprafața de rupere a celor două componente care formează tija.

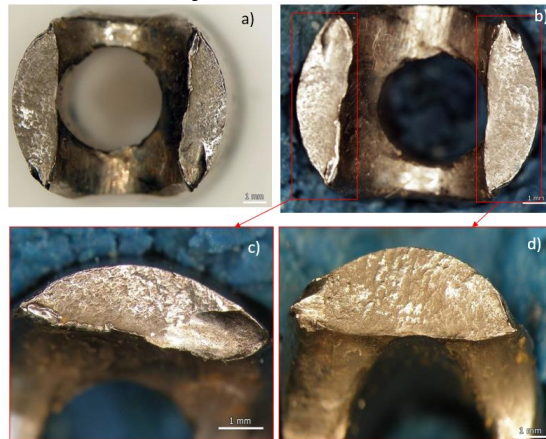


Fig. 4.27. Imagini fractografice ale suprafeței de rupere a) imagine de ansamblu a zonei de rupere a primei părți b) imagine de ansamblu a zonei de rupere a celeilalte părți; c,d) detalii ale suprafeței de rupere asociate figurii b)

Pentru o caracterizare mai riguroasă a tijei explantate s-au efectuat investigații microstructurale. Astfel, în figura 4.28 a,b) este evidențiată structura bifazică  $\alpha+\beta$  care prezintă un tipar asemănător cu al unei țesături și constă din faza  $\alpha$  distribuită lamelar și faza  $\beta$ .

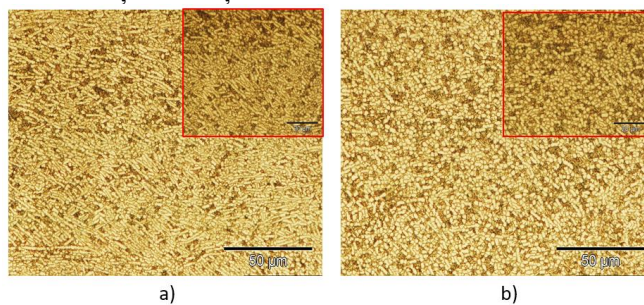


Fig. 4.28. Imagini de MO a tijei centromedulare (Proba TCT4); a) zona centrală a probei b) zona cu grosime mai mică a probei

Pentru a fundamenta fenomenele/modurile de rupere care au avut loc în cazul explantului de tip tijă centromedulară s-au efectuat investigații pe suprafețele reprezentative prezentate anterior utilizând metoda SEM.

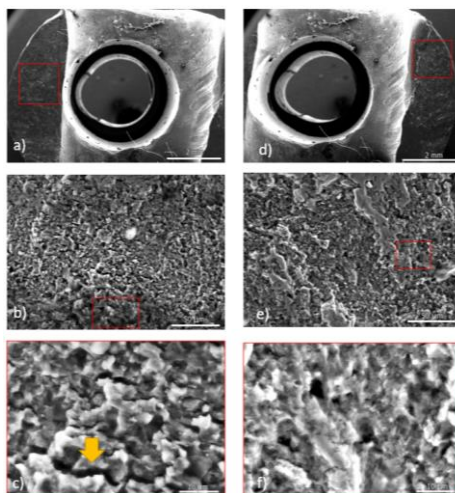


Fig. 4.29 Imagini SEM ale suprafeței de rupere a) imagine de ansamblu a suprafeței de rupere (din stanga orificiului); b) detaliu asociat zonei marcate din figura a); c) detaliu asociat zonei marcate din figura b); d) imagine de ansamblu a suprafeței de rupere (din dreapta orificiului); e) detaliu asociat zonei marcate din figura d); f) detaliu asociat zonei marcate din figura e)

## 4.2.5 Proba TCT5

### 4.2.5.1. Date clinice

În tabelul 4.11 sunt prezentate datele clinice ale pacientului conform protocolului stabilit, iar în figura 4.30 sunt prezentate imagini ale fracturii osoase obținute prin radiologie convențională.

**Tabel 4.11 Date clinice ale pacientului**

PACIENT (nume, prenume, varsta, sex)	RM 67 ani, F.
DIAGNOSTIC INTERNARE	Status post fractură gambă operată în urmă cu 3 ani. Calus vicios tibial. Material de osteosinteză deteriorat.
FOAIE DE OBSERVATIE CLINICA (numar)	-
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat <i>implantarea</i>	2015 ; alt serviciu
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat <i>explantarea</i>	2018 , SCUB Floreasca
MOTIVUL EXPLANTĂRII DISPOZITIVULUI MEDICAL	Pseudartroza strânsă, relativ instabilă cu micro-mișcări în focar care au condus în timp la deteriorarea materialului de osteosinteză
IDENTIFICAREA DISPOZITIVULUI EXPLANTAT (*tip și componente)	Tijă centromedulară tibială titan; Șurub zăvorăre 4,5mm;
DATE DISPOZITIV (*nr. lot și serie dispozitiv, producător)	C*

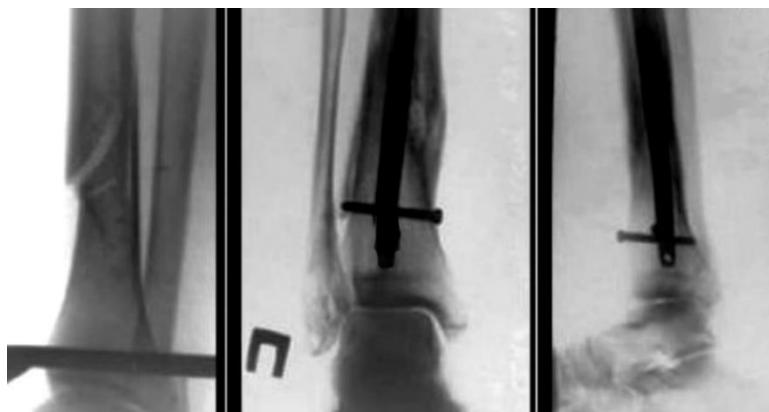


Fig. 4.31. Radiografie preoperatorie - control postoperator cu eșec la mai mult de 2 ani de la implantare.

### 4.2.5.2 Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale

#### 4.2.5.2.a) Măsurarea compoziției chimice locale

Evaluarea omogenității chimice a tijei centromedulare tibială explantate s-a realizat la nivel de epruvetă (probă), nivel la care testul de omogenitate chimică este considerat ca fiind de tip "in-bottle". În urma aplicării testului t-Student s-a constatat că proba satisface criteriile de omogenitate pentru toate elementele identificate respectiv C,Al,Cr,Mo,Fe,Si,Sn.

#### 4.2.5.2.b) Evaluarea conformității chimice

Evaluarea conformității chimice s-a efectuat atât în detaliu ținând cont de rezultatele măsurărilor la nivel local cât și global (sintetic) prin utilizarea mediei mediilor ( $\bar{c}$ ) și a incertitudinii mediei mediilor ( $U_{\bar{c}}$ ). Astfel, în cele ce urmează se vor prezenta rezultatele obținute.

**Tabel 4.12. Rezultatele obținute la nivel global ale testului de conformitate chimică (CC) corespunzătoare probei TCT5**

Element [%]	C	N	Fe	V	Al	Cr	Mo	Sn	Si
LS <sup>1**</sup>	max 0.08	max 0.05	max 0.30	4.5	6.75	-	-	-	-
LI <sup>2**</sup>	-	-	-	3.5	5.5	-	-	-	-
$\bar{c}$	0.043	-	0.273	-	5.95	1.80	2.70	0.92	0.48
U [95%]	0.002	-	0.01	-	0.04	0.01	0.01	0.01	0.03
LSB <sup>3</sup>	0.078	-	0.29	-	6.71	-	-	-	-
LIB <sup>3</sup>	-	-	-	-	5.46	-	-	-	-
TCC <sup>4</sup>	1		1	0	1				

<sup>1</sup>Limita superioară; <sup>2</sup>Limita inferioară; <sup>3</sup> Banda de acceptare; <sup>4</sup> rezultatul testului de conformitate chimică

În urma evaluării conformității chimice a tije centromedulare la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că aliajul **nu este conform** în ceea ce privește concentrațiile.

#### 4.2.5.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere

Investigarea explantului s-a efectuat conform schemei implementate respectiv din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere.

În figura 4.32 este reprezentată imaginea de ansamblu a tije centromedulare.



Fig. 4.32 Imagine de ansamblu al tije centromedulare

Investigarea tije centromedulare la nivel macroscopic relevă locul unde s-a produs ruperea respectiv la sistemul de zăvorâre proximal iar la acest nivel de investigare se observă zgârieturi pe suprafața implantului datorate șurubului mobilizat în gaură și care puteau fi realizate în momentul inserării în corpul uman, zgârieturi care pot fi observate în zona indicată din figura 4.33).

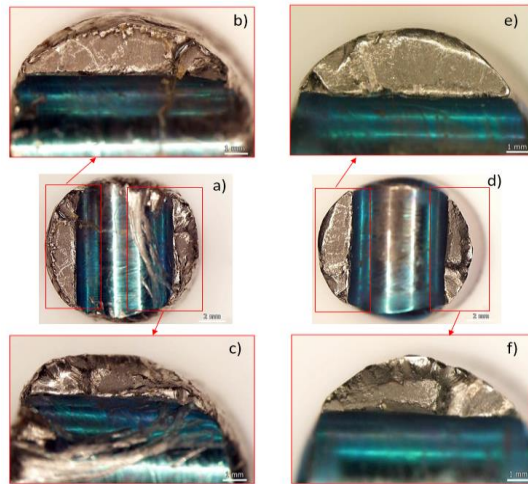


Fig. 4.33 Imagini fractografice ale suprafețelor de rupere a) imagine de ansamblu a zonei de rupere a primei părți c,d) detalii ale suprafeței de rupere asociate figurii a); d) imagine de ansamblu a zonei de rupere a celeilalte părți; e,f) detalii ale suprafeței de rupere asociate figurii d)

În figura 4.33 a,c sunt evidențiate aspecte de suprafață specifice frecării excesive cauzată de șurubul care a fost mobilizat în orificiu.

Investigațiile de microscopie optică evidențiază o structură tipică a aliajului de titan respectiv o structură bifazică  $\alpha+\beta$  așa cum se poate observa în figura 4.34 a,b.

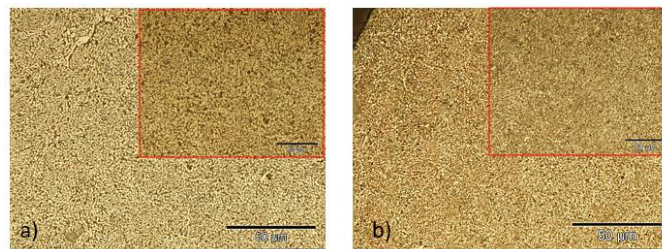


Fig. 4.34. Imagini de MO a tijei centromedulare a) zona centrală a probei b) zona marginală a probei

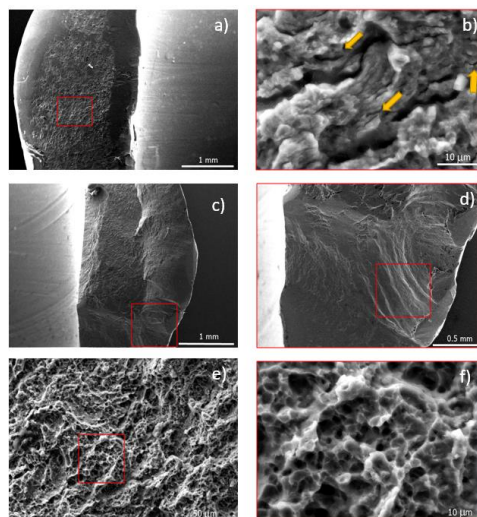


Fig. 4.35 Imagini SEM ale suprafeței de rupere a) imagine de ansamblu a suprafeței de rupere (din stanga orificiului ); b) detaliu asociat zonei marcate din figura a); c) imagine de ansamblu a suprafeței de rupere (din dreapta orificiului); d) detaliu asociat zonei marcate din figura b); e) detaliu asociat zonei marcate din figura d); f) detaliu asociat zonei marcate din figura e)

Imaginile de ansamblu a suprafețelor de rupere (figura 4.35 a,c) relevă pe de-o parte zone extinse care prezintă aspecte cristalin-strălucitoare (zona central) pe de altă parte zone relativ netede, lucioase.

Efectuarea analizelor de stereomicroscopie, microscopie optică și microscopie electronică de baleiaj au eliminat următoarele posibile cauze de rupere respectiv: imperfecțiunile de pregătire și procesare a materialelor.

Zona de rupere este situată la sistemul de zăvorare distal, observându-se urme clare de frecare excesivă a șurubului și mici zgârieturi pe suprafața implantului realizate în momentul inserării în corpul uman.

După o analiză atentă a datelor clinice nu au fost identificate necorelații între design-ul tijei centromedulare explantate și tipul de afecțiune la care a fost folosit.

Ruperea poate fi atribuită generate solicitării mecanice mari ale tijei centromedulare care au condus la frecarea excesivă a șurubului mobilizat în gaură și a oboselii de material.

## 4.2.6 Proba TCF6

### 4.2.6.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat

În tabelul 4.13 sunt prezentate datele clinice ale pacientului conform protocolului stabilit, iar în figura 4.36 sunt prezentate imagini ale fracturii osoase obținute prin radiologie convențională.

**Tabel 4.13 Date clinice ale pacientului**

PACIENT (nume, prenume, varsta, sex)	AC 56 ani, M
DIAGNOSTIC INTERNARE	Status post fractură cominutivă femur operată. Pseudartroza femur drept. Material de osteosinteză deteriorat.
FOAIE DE OBSERVATIE CLINICA (numar)	-
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat <b>implantarea</b>	2017 ; alt serviciu
DATA și SPITALUL în care s-a efectuat <b>explantarea</b>	2019 , SUUB
MOTIVUL EXPLANTARII DISPOZITIVULUI MEDICAL	Pseudoartroza cu deteriorarea materialului de osteosinteză la circa 18 luni de la implantarea inițială, odată cu reluare activității fizice normale
IDENTIFICAREA DISPOZITIVULUI EXPLANTAT (*tip și componente)	Tijă centromedulară femur, universală, pentru aplicare prin alezaj, diametru 11 mm, titan
DATE DISPOZITIV (*nr. lot și serie dispozitiv, producător)	C*
OBSERVATII	După o evoluție clinică inițial bună - eșec prin oboseală



Fig. 4.37. Radiografiile ale zonei implantate a,b) preoperatorii c,d) postoperatorii

#### 4.2.6.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale

##### 4.2.6.2. a) măsurarea compoziției chimice locale

Evaluarea omogenității chimice a țijeii centromedulare explantate s-a realizat la nivel de epruvetă (probă), nivel la care testul de omogenitate chimică este considerat ca fiind de tip "in-bottle".

Raportarea rezultatelor obținute a fost realizată în concordanță cu valorile concentrațiilor elementelor specificate în standardul ISO 5832-3:2016.

##### 4.2.6.2.b) Evaluarea conformității chimice

Evaluarea conformității chimice s-a efectuat atât în detaliu ținând cont de rezultatele măsurărilor la nivel local cât și global (sintetic) prin utilizarea mediei mediilor ( $\bar{c}$ ) și a incertitudinii mediei mediilor ( $U_{\bar{c}}$ ). Rezultatele testului de conformitate sunt prezentate în următorul tabel.

**Tabel 4.14. Rezultatele obținute la nivel global ale testului de conformitate chimică (CC) corespunzătoare probei TCF6**

Element [%]	C	N	Fe	V	Al
LS <sup>1**</sup>	max 0,08	max 0,05	max 0,30	4,5	6,75
LI <sup>2**</sup>	-	-	-	3,5	5,5
$\bar{c}$	0,028	0,038	0,188	4,27	6,29
U [95%]	0,004	0,002	0,004	0,02	0,02
LSB <sup>3</sup>	0,076	0,298	0,296	4,48	6,73
LIB <sup>3</sup>	-	-	-	3,48	5,48
TCC <sup>4</sup>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>	<b>1</b>

<sup>1</sup>Limita superioară; <sup>2</sup>Limita inferioară; <sup>3</sup> Banda de acceptare; <sup>4</sup> rezultatul testului de conformitate chimică

În urma evaluării conformității chimice a țijeii la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că aliajul **este conform** în ceea ce privește concentrațiile elementelor așa cum este evidențiat și în tabelul 4.122. Astfel, aliajul supus măsurării corespunde mărcii previzionate respectiv Ti-6Al-4V.

#### 4.2.6.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere

Investigarea explantului s-a efectuat conform schemei implementate respectiv din punct de vedere al compoziției chimice, al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere.

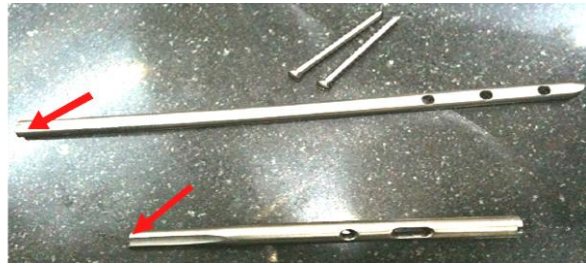


Fig. 4.38 Imaginea de ansamblu a tije centromedulare zăvorâtă

Investigarea tije centromedulare la nivel macroscopic relevă locul unde s-a produs ruperea respectiv în zona de mijloc iar la acest nivel de investigare nu sunt observate zgârieturi pe suprafața implantului.

În cele ce urmează sunt prezentate imagini de stereomicroscopie ale suprafețelor de rupere în vederea identificării cauzelor care au produs eșecul implantului (figura 4.39).

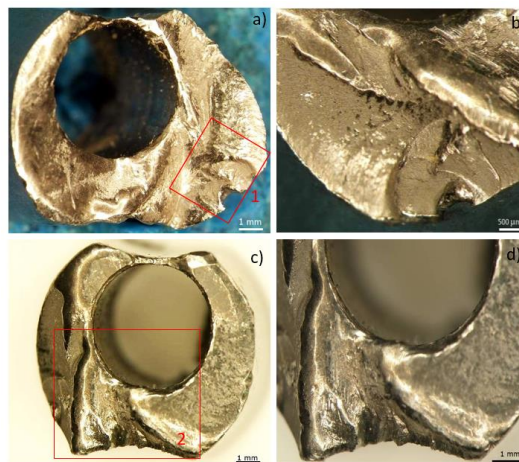


Fig. 4.39. Imagini fractografice ale suprafețelor de rupere a) imagine de ansamblu a zonei de rupere -1-; b) detalii ale suprafeței de rupere asociate figurii a); c) imagine de ansamblu a zonei de rupere -2-; d) detalii ale suprafeței de rupere asociate figurii c)

Investigațiile de microscopie optică evidențiază o structură tipică a aliajului de titan din sistemul Ti-Al-V (Ti6Al4V), respectiv o structură bifazică  $\alpha+\beta$  așa cum se poate observa în figura 4.40 a,b.

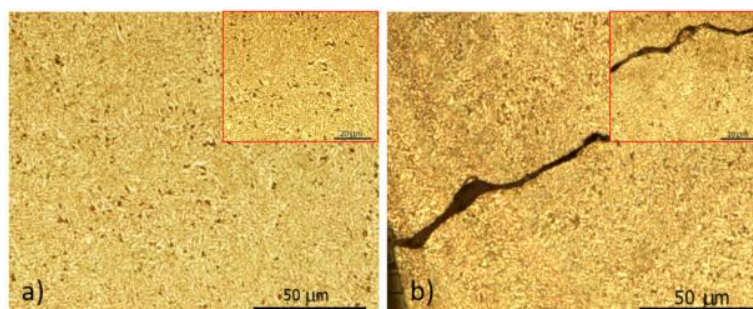


Fig. 4.40 . Imagini de MO a tije centromedulare zăvorâtă (Proba TCF6); a) zona centrală a probei; b) zona marginală a probei.

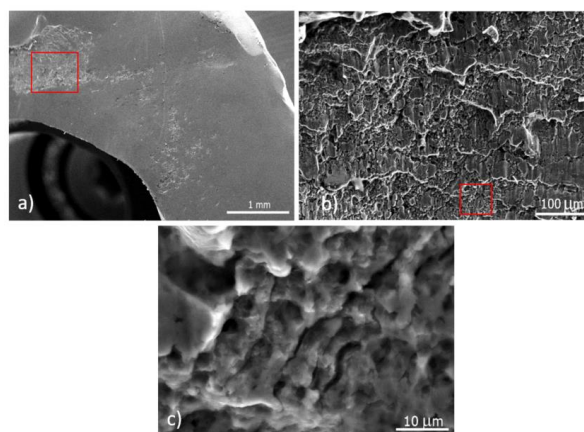


Fig. 4.41 Imagini SEM ale suprafeței de rupere a) imagine a unei porțiuni din suprafața de rupere; b) detaliu asociat zonei marcate din figura a); c) detaliu asociat zonei marcate din figura b)

Imaginea unei zone a suprafeței de rupere (figura 4.41 a) relevă o rupere cu caracter complex care în proporție de 90 % are aspect de rupere fragilă și o zonă cu aspect morfologic mixt respectiv ductil-fragil. În figura 4.41 b) se poate observa caracterul mixt de rupere și se evidențiază prezența dimples-urilor care alternează cu zonele de rupere ductile

#### 4.2.7 Proba TCF7

##### 4.2.7.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat

În tabelul 4.15 sunt prezentate datele clinice ale pacientului conform protocolului stabilit, iar în figura 4.42 sunt prezentate imagini ale fracturii osoase obținute prin radiologie convențională.

**Tabelul 4.15 Date clinice ale pacientului**

PACIENT (nume, prenume, varsta, sex)	DN 58 ani, M.
DIAGNOSTIC INTERNARE	Status post fractură supracondiliană femur stang operată în urmă cu 1 an. Pseudartroza femur drept. Material de osteosinteză deteriorat.
FOAIE DE OBSERVATIE CLINICA (numar)	-
DATA si SPITALUL in care s-a efectuat <i>implantarea</i>	2017 alt serviciu
DATA si SPITALUL in care s-a efectuat <i>explantarea</i>	2018 , SCUB Floreasca
MOTIVUL EXPLANTARII DISPOZITIVULUI MEDICAL	Pseudartroza cu deteriorarea materialului de osteosinteză
IDENTIFICAREA DISPOZITIVULUI EXPLANTAT (*tip si componente)	Tijă centromedulară femur oțel retrograd.

Zona în care a fost implantată tija centromedulară a fost investigată prin radiografie



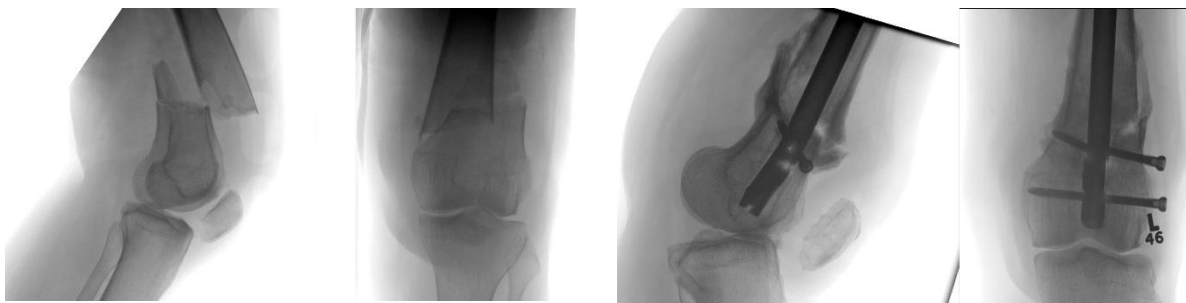


Fig. 4.43. Radiografii ale zonei implantate a,b)preoperatorii, c,d) la data reviziei

#### 4.2.7.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale

##### 4.2.7.2.a) măsurarea compoziției chimice locale

Evaluarea omogenității chimice a probei TCF7 s-a realizat la nivel de epruvetă (probă), nivel la care testul de omogenitate chimică este considerat ca fiind de tip "in-bottle". Astfel, pentru evaluarea omogenității chimice s-a aplicat testul statistic t-Student utilizând deviația standard experimentală a mediilor.

În urma aplicării testului t-Student s-a constatat că proba nu satisface criteriile de omogenitate chimică în cazul elementelor Mn și N. Pentru celelalte elemente (S, Cr, Ni, Mo, Cu, Si) proba satisface condițiile de omogenitate chimică.

##### 4.2.7.2.b) Evaluarea conformității chimice

Evaluarea conformității chimice s-a efectuat atât în detaliu ținând cont de rezultatele măsurărilor la nivel local cât și global (sintetic) prin utilizarea mediei mediilor ( $\bar{c}$ ) și a incertitudinii mediei mediilor ( $U_{\bar{c}}$ ).

**Tabel 4.16. Rezultatele testului de conformitate chimică (CC) la nivel global corespunzătoare probei TCF7**

Element [%]	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Mo	N	Cu
LS <sup>1</sup>	max 0,030	max 1.0	max 2.0	max 0.025	max 0.1	19.0	15.0	3.5	max 0.10	max 0.50
LI <sup>2</sup>	-	-	-	-	-	17.0	13.0	2.25	-	-
$\bar{c}_m$	0.023	0.341	2.08	0.013	0.018	17.08	14.15	2.83	0.192	0.049
U [95%]	0.002	0.016	0.04	0.002	0.004	0.10	0.10	0.02	0.004	0.003
LSB <sup>3</sup>	0.028	0.984	1.96	0.023	0.096	18.9	14.90	3.48	0.096	0.497
LIB <sup>3</sup>	-	-	-	-	-	17.1	13.10	2.29	-	-
TCC <sup>4</sup>	1	1	0	1	1	1	1	1	0	1

<sup>1</sup>Limita superioară; <sup>2</sup>Limita inferioară; <sup>3</sup> Banda de acceptare; <sup>4</sup> rezultatul testului de conformitate chimică

În urma evaluării omogenității chimice elementele Mn și N nu satisfac condițiile de omogenitate. De asemenea, se poate observa în tabelul 4.16 că N și Mn nu satisfac cerințele de conformitate cu specificația de marcă.

În urma evaluării conformității chimice a tije la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că tija nu este conformă în ceea ce privește concentrațiile elementelor respectiv Mn și cu atât mai mult dacă sunt luate în calcul incertitudinile de măsurare extinse (U[95%]).

În concluzie proba supusă măsurării **corespunde** mărcii previzionate respectiv 316L însă **NU** este conformă cu standardul ISO 5832-1.

#### 4.2.7.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere

Investigarea explantului s-a efectuat conform schemei implementate respectiv din punct de vedere al compoziției chimice, al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere.

În figura 4.44 este reprezentată imaginea de ansamblu a tijei centromedulare



Fig. 4.44 Imaginea de ansamblu a probei TCF7

Investigarea tijei centromedulare la nivel macroscopic relevă locul unde s-a produs ruperea respectiv în zona de mijloc iar la acest nivel de investigare nu sunt observate zgârieturi pe suprafața implantului.

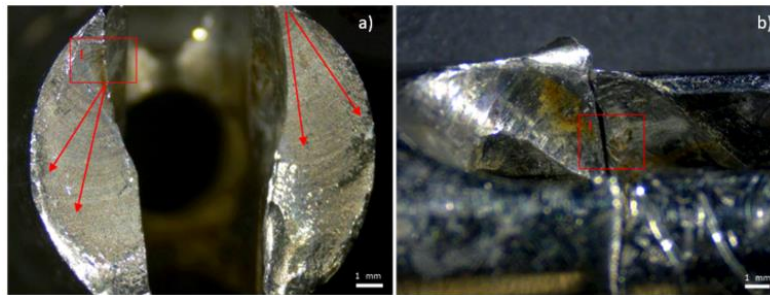


Fig. 4.45 Imagini fractografice ale suprafeței de rupere a) imagine de ansamblu a zonei de rupere; b) detalii ale suprafeței de rupere asociate figurii a);

Investigarea suprafeței de rupere a condus la identificarea amorsei de rupere evidențiată în zona marcată cu roșu. În figura 4.46 sunt reprezentate imagini de microscopie optică a probei rezultate.

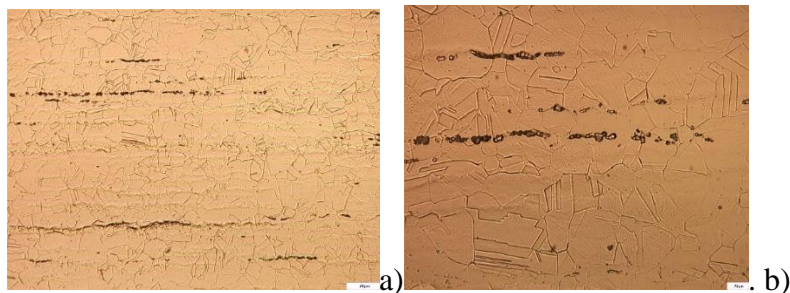


Fig. 4.46 Imagini de MO a tijei centromedulare zăvorâtă (Proba TCF7); a, b) secțiune longitudinală;

Imaginile de microscopie optică pun în evidență o microstructură tipică de oțel austenitic inoxidabil deformat plastic, cu grăunți poliedrici și maclați.

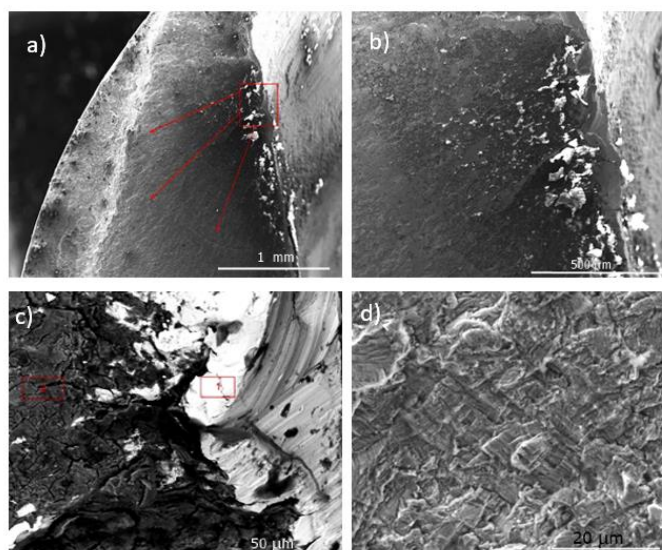


Fig. 4.47 Imagini SEM ale suprafeței de rupere a) imagine a unei porțiuni din suprafața de rupere; b) detaliu asociat zonei marcate din figura a); c) detaliu asociat zonei marcate din figura b); d) detaliu asociat zonei marcate din figura c)

Imaginea porțiunii suprafeței de rupere (figura 4.47 a) relevă o rupere prin clivaj. În urma investigațiilor suprafeței de rupere a implantului se poate concluziona că ruperea acestuia are caracter preponderent ductil, în zona luată în discuție.

## CAPITOL 5 - CONCLUZII

### 5.1 Concluzii generale

O analiză pertinentă care să conducă la progres în domeniul implantelor impune un proces de cercetare științifică a comportării implantelor studiate. În acest sens, cercetarea științifică trebuie să fie înțeleasă ca o cunoaștere bazată pe date și observații incontestabile, fundamentate empiric și sau teoretic într-un mod de necombătut.

Investigațiile de Stereomicroscopie, MO și SEM scot în evidență microstructura, morfologia suprafețelor de rupere și implicit a mecanismului de rupere care are loc. Investigațiile SDAR-OES furnizează date privind compoziția chimică a implanturilor și în urma acestora se poate efectua o estimare a omogenității chimice la nivel local și la nivel global prin aplicarea testului t-Student. De asemenea, în baza acestor investigații coroborate cu standardele în vigoare se poate evalua conformitatea chimică a implanturilor. Prin urmare, în urma studiilor efectuate pe probele selectate au fost identificate următoarele :

- Proba PS1 satisface cerințele de omogenitate chimică; iar în urma evaluării conformității chimice luând în calcul și incertitudinea extinsă se poate afirma că proba corespunde cu marca previzionată respectiv Ti cp2.

- Proba PS1-șurub șurubul satisface cerințele de conformitate cu specificația de marcă respectiv Ti-6Al-V. Se poate observa că proba PS1-placă și PS1-șurub fac parte din două categorii de material diferite care ar fi putut conduce teoretic la apariția unor fenomene de coroziune galvanică, dar se consideră că intervalul în care implantul a fost în organism (3 luni) nu a fost suficient de mare și astfel că nu au fost observate fenomene de coroziune la suprafața plăcii sau a șuruburilor.

- Proba PS2 satisface cerințele de omogenitate chimică, iar în urma evaluării conformității chimice la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că **este conform** în ceea ce privește concentrațiile elementelor și dacă sunt luate în calcul incertitudinile de măsurare extinse (U(95%)) se poate afirma că aliajul supus măsurării **corespunde** mărcii previzionate.

- Proba TCS3 nu satisface cerințele de omogenitate chimică pentru elementele Cu, Si, C, și Cu. Cu toate acestea în urma evaluării conformității chimice la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că proba TCS3 **este conformă** în ceea ce privește concentrațiile elementelor și dacă sunt luate în calcul incertitudinile de măsurare extinse (U[95%]) aceasta se încadrează în limitele specificate. Proba corespunde mărcii previzionate respectiv 316L.

- Proba TCT4 satisface criteriile de omogenitate pentru toate elementele identificate respectiv C,Al,Cr,Mo,Fe,Si,Sn. În urma evaluării conformității chimice la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că aliajul **nu este conform** în ceea ce privește concentrațiile elementelor așa cum este evidențiat și în tabelul 4.76. Astfel, proba **NU** corespunde mărcii previzionate respectiv Ti-6Al-4V [151]. De asemenea, nu s-a putut identifica un tip de aliaj biocompatibil care să fie similar aliajului investigat. Pe de altă parte a fost identificat un aliaj similar identificat în **\*\*GOST 19807/91**, după cum este evidențiat în tabelul 4.77, aliaj utilizat la construcția de submarine în Federația Rusă [156]. Astfel, tija explantată poate fi considerată un artefact nebiocompatibil, la nivelul informației actuale de care se dispune. Acest fapt poate justifica comportarea necorespunzătoare a implantului respectiv și reprezintă un caz evident de **malpraxis!**

În urma reevaluării conformității chimice se remarcă faptul că aliajul din care a fost produsă tija centromedulară corespunde cu clasa de material VT3-1 (BT3-1) din standardul GOST 19807/91 [156].

Pe baza evaluărilor conformității chimice în două situații respectiv, în raport cu ISO 5832-2 și în raport cu GOST 19807/91 este indubitabil că aliajul face parte din clasa VT3-1. De asemenea trebuie subliniat faptul că în standardul ISO 5832 nu este specificat că acest aliaj poate fi utilizat la produse implantabile iar acest fapt este o problemă!

- Proba TCT5 satisface criteriile de omogenitate pentru toate elementele identificate respectiv C,Al,Cr,Mo,Fe,Si,Sn. În urma evaluării conformității chimice la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că aliajul **nu este conform** în ceea ce privește concentrațiile elementelor așa cum este evidențiat și în tabelul 4.99. Astfel, aliajul supus măsurării **NU** corespunde mărcii previzionate respectiv Ti-6Al-4V.

- Proba TCF6 satisface criteriile de omogenitate pentru toate elementele specificate în standard. În urma evaluării conformității chimice a tijeii la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că aliajul este **conform** în ceea ce privește concentrațiile elementelor așa cum este evidențiat și în tabelul 4.122. Astfel, aliajul supus măsurării corespunde mărcii previzionate respectiv Ti-6Al-4V.

Proba TCF7 nu satisface criteriile de omogenitate chimică în cazul elementelor Mn și N. De asemenea, în urma conformității chimice la nivel local și global se poate afirma pe baza rezultatelor obținute că proba nu este conformă în ceea ce privește concentrațiile elementelor N respectiv Mn și cu atât mai mult dacă sunt luate în calcul incertitudinile de măsurare extinse (U[95%]). Proba supusă măsurării **corespunde** mărcii previzionate respectiv 316L însă **NU** este conformă cu standardul ISO 5832.

Rezultatele testelor efectuate pe probele investigate susțin următoarea afirmație: există pe piață dispozitive medicale care **NU** îndeplinesc cerințele standardelor ISO 5832, ISO 13485:2016/Rev.2020, ceea ce este o problemă și o amenințare la calitatea vieții umane.

În urma MO toate probele investigate prezintă microstructuri caracteristice materialului investigat respectiv : probele PS1 și PS2 au o microstructură caracteristică titanului nealiat ; TCS3, TCF7 au o microstructură caracteristică unui oțel inoxidabil, iar probele TCT4, TCT5, TCF6 au o structură bifazică caracteristică unui aliaj de titan.

Investigațiile de stereomicroscopie și SEM pe suprafețele de rupere au evidențiat următoarele: omogenitate structurale în zona de rupere, ceea ce duce la producerea fracturii din cauza unor factori externi; în cel de-al doilea caz se releva aspecte morfologice specifice clivajului, în direcția fisurii locale; cea de-a treia proba prezintă urme cauzate de instrumentul utilizat de medic în timpul manevrei de îndepărtare a implantului; de asemenea, cea de-a patra

proba prezintă urme de uzare; în cazul celei de-a cincea probe, morfologia suprafeței prezintă aspecte caracteristice unei ruperi ductile respectiv se pot distinge morfologii de tip con-cupă de mărimi inegale, ruperea evidențiază aspecte de suprafață specifice frecării excesive cauzată de șurubul care a fost mobilizat în orificiu; în cazul celei de-a șasea proba, morfologia suprafeței prezintă aspecte caracteristice atât ruperii ductile cât și fragile astfel se poate concluziona că ruperea acestuia are caracter dual respectiv ductil-fragil, investigațiile stereomicroscopice scotând în evidență existența unui defect tehnic de fabricație dovedit prin excentricitatea găurii interioare; cea de-a șapte proba, suprafața de rupere prezintă aspecte morfologice caracteristice oboselii materialului, cu incluziuni endogene distribuite neuniform, iar probabilitatea de apariție a fisurării tijei devine foarte mare.

## 5.2. Contribuții personale și originale

Îmbunătățirea caracteristicilor mecanice și a design-ului de produs din punct de vedere al raportului performanțe/cost constituie un domeniu de cercetare în continuă dezvoltare în care se pot cerceta o diversitate mare de materiale pentru îmbunătățirea calității vieții umane și a domeniului de biomateriale.

1. Proiectarea protocolului pentru explantarea dispozitivelor medicale în vederea investigării și a stabilirii cauzelor de eșec a implantelor care vizează : datele clinice, informațiile disponibile privind materialul utilizat și metodele și tehnicile utilizate pentru identificarea cauzelor care au condus la eșecul implantului

2. Aplicarea metodei de estimare a incertitudinii de măsurare a concentrațiilor elementare cu echipamentul SDAR-OES.

3. Aplicarea metodei de analiză a omogenității chimice prin testul t-Student pentru estimarea omogenității chimice a explantelor.

4. Evaluarea conformității chimice a explantelor care se poate extinde la orice tip de biomaterial și care din rezultatele obținute este imperativ să se efectueze la orice material metalic care îndeplinește (**sau se declară ca îndeplinește**) criteriile de biocompatibilitate.

5. Studii de caz efectuate pe un număr de 7 explante în urma cărora s-a constatat importanța utilizării metodelor de investigare selectate

6. Evidențierea problematicii șuruburilor în cazul ambelor tipuri de implante respectiv în cazul plăcii șuruburile corodează (coroziune în crevasa și prezintă o rupere ductilă, de regulă iar în cazul tijelor șuruburile se mișcă astfel că micromișcarea duce la rupere fragilă sau ductil-fragil, de regula)

7. Impunerea verificării calității (conformității) materialului de osteosinteză. În baza rezultatelor obținute s-a constatat că uneori nu se ține cont nici de materialele utilizate împreună respectiv placă-șurub, țijă-șurub (teoretic au aceeași compoziție chimică, practic, sunt diferite), și cu atât mai mult au fost identificate neconformități a compoziției chimice care nu respectă cerințele standardelor specifice pentru materialul respectiv.

## 5.3. Perspective de dezvoltare ulterioară

În urma studiilor efectuate pe probele selectate și a rezultatelor obținute (prezentate în această teză) am identificat următoarele direcții viitoare de cercetare/dezvoltare în tematica tezei:

- Cercetări pentru îmbunătățirea implanturilor de tip placă prin astuparea găurilor la care nu se utilizează șuruburi. O soluție ar fi utilizarea unui dop pentru găurile neutilizate
- Cel mai important rezultat al tezei constă în descoperirea neconformității implanturilor care ar trebui semnalată.
- Necesitatea de cercetări suplimentare care să confirme sau să infirme că modificarea/ajustarea design-ului implanturilor de tip placă aduce îmbunătățiri privind performanțele acestora.

- Aplicarea la scară largă a protocolului implementat al implanturilor cu precădere în ceea ce privește omogenitatea chimică și evaluarea conformității chimice înainte de utilizarea acestora!!
- Noi soluții tehnice pentru îmbunătățirea performanțelor funcționale ale implanturilor respectiv înlocuirea șuruburilor cu dopuri sau șuruburi taiate sau șuruburi din resorbabile/Mg la plăci
- Noi soluții tehnice pentru îmbunătățirea tehnicilor de implantare (inserarea ghidată a șuruburilor la tije centromedulare)
- ***Simulări / program de simulare înainte de selecția implantului (să se țină cont și de material nu numai de criteriile AO / medicale)***

## BIBLIOGRAFIE SELECTIVA

- [1] R. M. Malina, C. Bouchard, Oded Bar-Or, Growth, Maturation, and Physical Activity, Cap.6 Bone tissue in skeletal growth and body composition, Ed. Human Kinetics, 2004
- [2] F. F. Safadi, M. F. Barbe, S. M. Abdelmagid, M. C. Rico, R. A. Aswad, J. Litvin, and S. N. Popoff, Chapter 1- Bone Structure, Development and Bone Biology, Ed. Humana Press, 2009, pag. 1-50;
- [3] R. Karpiński, Ł. Jaworski, P. Czubacka, The structural and mechanical properties of the bone, Journal of Technology and Exploitation in Mechanical Engineering Vol. 3, no. 1, 2017
- [4] Hanawa, T. (2019). Titanium–Tissue Interface Reaction and Its Control With Surface Treatment. Frontiers in Bioengineering and Biotechnology, 7:170
- [5] Karl-Heinz Frosch, Klaus Michael Stürmer, Metallic Biomaterials in Skeletal Repair, Eur J Trauma 2006;32:149–59
- [6] Ghosh, S., Sanghavi, S., & Sancheti, P. Metallic biomaterial for bone support and replacement. Fundamental Biomaterials: Metals, 2018, pp. 139-165.
- [7] Sepideh Kamrani . Claudia Fleck, Biodegradable magnesium alloys as temporary orthopaedic implants: a review, Biometals Vol. 32, 2019, pp. 185–193
- [8] Antoniac I; Laptou D; Blajan AI; Cotrut C; Instrumentar și dispozitive chirurgicale, Editura Printech, Bucuresti, 2011
- [9] M. Bane, I. Ciucă, Cap.8, Tratat de știința și ingineria materialelor metalice, Vol I, Editura Agir, 2006, pag. 1103-1114
- [10] N. Popescu, R. Șaban, D. Bunea, I. Pencea, Știința materialelor pentru ingineria mecanică, Vol 1, Ed. Fair Partners, 1999, pag 74-81
- [11]. I. Pencea, Capitol 8, Metode și tehnici instrumentale de analiză elementală a materialelor, p.1085-1099, Tratat de știința și Ingineria materialelor metalice, vol.5, Editura Agir, București, 2011
- [11]. I. Pencea, Bazele încercărilor spectrochimice de emisie optică prin scânteie și arc electric, Ed. Printech, 2007, pag. 190-203
- [12] M. Branzei, D. Gheorghe, I. Ciuca, Capitol 8, Microscopie optica calitativă și cantitativă, p.1019-1038, Tratat de știința și Ingineria materialelor metalice, vol.5, Editura Agir, București, 2011
- [13] Silviu Butnariu, Gheorghe Mogan, Analiza cu elemente finite în ingineria mecanică, Ed. Univ. Transilvania din Brașov, 2014
- [14] \*\*\*, ANSYS Structural Analysis Guide, ANSYS Inc., SAS IP, 2004.
- [141] \*\*\* SR Ghid ISO 98-3/2010, Incertitudine de măsurare. Partea 3 : Ghid pentru exprimarea incertitudinii de măsurare
- [15] C.E. Sfat, C.E. Serban, Capitol 8, Asigurarea calității rezultatelor încercărilor, p.1272-1276, Tratat de știința și Ingineria materialelor metalice, vol.5, Editura Agir, București, 2011
- [16] ISO 5832-2 ISO 5832-2:2018 Implants for surgery — Metallic materials — Part 2: Unalloyed titanium
- [17] \*\*\* ISO 5832-3:2016 Implants for surgery — Metallic materials — Part 3: Wrought titanium 6-aluminium 4-vanadium alloy
- [18] I. V. Antoniac, D. I. Stoia, B. Ghiban, C. Tecu, F. Miculescu, C. Vigar, V. Saceleanu, Failure Analysis of a Humeral Shaft Locking Compression Plate—Surface Investigation and Simulation by Finite Element Method, Materials 2019, 12, 1128

[19] Cristescu, I., Antoniac, I., Branzei, M., Ghiban, B., Ciocoiu, R., Ciucă, I., Semenescu, A., Gradinaru, S.c, **Pop, D.**, Raiciu, A.D., Fractography study of explanted intramedullary nails, *Materiale Plastice* Volume 56, 2019, Pages 759-773, (Article)

## Cuprins

<b>1.1. CONSIDERAȚII GENERALE.....</b>	<b>3</b>
<b>CAPITOLUL 2. STADIUL ACTUAL AL IMPLANTELOR PENTRU OSTEOSINTEZĂ</b>	<b>3</b>
<b>2.1. FUNDAMENTE PRIVIND ABORDAREA PROTEZĂRII OASELOR .....</b>	<b>3</b>
<b>2.2. STADIUL ACTUAL AL BIOMATERIALELOR METALICE .....</b>	<b>4</b>
2.2.1.1. Stadiul actual al oțelurilor inoxidabile.....	4
2.2.1.2. Stadiul actual al titanului și aliajelor de titan.....	4
2.2.1.3. Stadiul actual al aliajelor de magneziu .....	4
2.2.2 Tipuri de implante pentru osteosinteză.....	4
<b>CAPITOLUL 3 METODICA DE CERCETARE.....</b>	<b>5</b>
<b>3.1. Scopul tezei de doctorat .....</b>	<b>5</b>
<b>3.2. Obiectivele tezei de doctorat .....</b>	<b>5</b>
<b>3.3. CONSTITUIREA PROTOCOLULUI PENTRU EXPLANTAREA DISPOZITIVELOR MEDICALE</b>	<b>5</b>
<b>CAPITOLUL 4           REZULTATE EXPERIMENTALE PRIVIND ANALIZA</b>	
<b>EXPLANTELOR DE TIP IMPLANTE METALICE PENTRU OSTEOSINTEZA.....</b>	<b>7</b>
<b>4.2. REZULTATE EXPERIMENTALE .....</b>	<b>7</b>
<b>4.2.1. Proba PS1 .....</b>	<b>7</b>
4.2.1.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat.....	7
4.2.1.2. Investigații privind compoziția chimică, a conformității chimice și a evaluării omogenității .....	8
4.2.1.2 a) Măsurarea compoziției chimice locale .....	8
4.2.1.2 b) Evaluarea conformității chimice.....	8
4.2.1.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere .....	9
4.2.1.4. Analiza cu element finit.....	11
4.2.2    Proba PS2.....	12
4.2.2.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat .....	13
4.2.2.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale .....	13
4.2.2.2 a) Măsurarea compoziției chimice locale .....	13
4.2.2.2 b) Evaluarea conformității chimice.....	14
4.2.2.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere .....	14
4.2.2.4. Analiza cu elemente finite .....	16
Proba TCS3 .....	19
4.2.2.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat .....	19
4.2.3.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat .....	19
4.2.3.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale .....	20
4.2.3.2 a) Măsurarea compoziției chimice locale .....	20
4.2.3.2 b) Evaluarea conformității chimice.....	20
4.2.3.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM-EDS) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere ...	21
4.2.4    Proba TCT4.....	22
4.2.4.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat .....	22



4.2.4.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale .....	23
4.2.4.2.a) Măsurarea compoziției chimice locale .....	24
4.2.4.2.b) Evaluarea conformității chimice.....	24
4.2.4.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere .....	24
4.2.5 Proba TCT5.....	26
4.2.5.1. Date clinice.....	26
4.2.5.2 Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale .....	26
4.2.5.2.a) Măsurarea compoziției chimice locale .....	26
4.2.5.2.b) Evaluarea conformității chimice.....	27
4.2.5.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere .....	27
4.2.6 Proba TCF6.....	29
4.2.6.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat .....	29
4.2.6.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale .....	30
4.2.6.2. a) măsurarea compoziției chimice locale.....	30
4.2.6.2.b) Evaluarea conformității chimice.....	30
4.2.6.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere .....	30
4.2.7 Proba TCF7 .....	32
4.2.7.1. Date clinice referitoare la pacientul implantat .....	32
4.2.7.2. Investigații privind: stabilirea compoziției chimice, evaluarea conformității chimice și estimarea omogenității compoziționale .....	33
4.2.7.2.a) măsurarea compoziției chimice locale .....	33
4.2.7.2.b) Evaluarea conformității chimice.....	33
4.2.7.3. Analiza macroscopică și încercări de microscopie (MO și SEM) pentru investigarea explantului din punct de vedere al macrostructurii, microstructurii și morfologiei suprafeței de rupere .....	34
<b>CAPITOL 5 - CONCLUZII.....</b>	<b>35</b>
<b>5.1 Concluzii generale .....</b>	<b>35</b>
<b>5.2. Contribuții personale și originale .....</b>	<b>37</b>
<b>5.3. Perspective de dezvoltare ulterioară.....</b>	<b>37</b>
<b>BIBLIOGRAFIE SELECTIVA .....</b>	<b>38</b>

**Cuvinte cheie:** implanturi de osteointegrare, compoziție chimică, caracteristici morfologice, FEA (analiza cu element finit)