



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2009 00709

(22) Data de depozit: 10.09.2009

(41) Data publicării cererii:
30.05.2011 BOPI nr. 5/2011

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL DE CERCETĂRI
METALURGICE S.A., STR. MEHADIEI
NR.39, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• MOLDOVEANU CRISTINA ANCA,
STR. CONSTANTIN SANDU ALDEA NR.56,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• STAN ȘTEFAN,
STR. DRUMUL TIMONIERULUI NR.7-9,
BL.104, SC.A, ET.6, AP.34, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;

• GHIBAN BRÂNDUȘA, CALEA CRÂNGAȘI
NR. 52 BL. 5-ICEM, SC.3, ET.6, AP. 100,
SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• PURCHEL FLORIAN, STR. CASTRANOVA
NR.18, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO;
• NEDELȚU IOAN, STR.VALEA LUI MIHAI
NR.1, BL.D1, SC.4, ET.4, AP.40, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• NEDELȚU DOREL, CALEA MOȘILOR
NR.233, BL.41, SC.1, ET.4, AP.13,
SECTOR 2, BUCUREȘTI, B, RO

(54) OȚEL INOXIDABIL AUSTENITIC, BIOCOMPATIBIL,
DĂSTINAT REALIZĂRII DE TIJE DE IMPLANT CHIRURGICAL
ORTOPEDIC PENTRU OSTEOSINTEZĂ

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un oțel inoxidabil austenitic cu conținut de C 0,020% și C_u maxim 0,25%, P_{max} 0,016%, S_{max} 0,003...0,5% Si, 17,2...18,0% Cr, 10...10,8% Ni, 1,4...1,8% Mn, 2,5...3,5% Mo, 0,1...0,2% N, maximum 0,5% Cu și restul Fe.

Revendicări: 1

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de invenție a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de invenție este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



Oțel inoxidabil austenitic, biocompatibil, destinat realizării de tije de implant chirurgical ortopedic pentru osteosinteză

Invenția se referă la un oțel inoxidabil austenitic cu carbon foarte scăzut, aliat cu molibden și azot cu rezistență ridicată la coroziune și biocompatibilitate corespunzătoare, destinat realizării de tije pentru implant chirurgical ortopedic pentru osteosinteză.

Oțelurile inoxidabile austenitice cu destinație medicală sunt relativ bine cunoscute. În această categorie oțelul 316 LN ocupă o poziție bine definită. De asemenea, standardele ISO din seria 5832 părțile 1 și 9 din anul 2007 stabilesc anumite compoziții pentru oțelurile inoxidabile austenitice deformabile, respectiv aliate cu azot, destinate aplicațiilor medicale ortopedice.

Molibdenul ameliorează rezistența la coroziune în majoritatea mediilor acide și în soluțiile generatoare de coroziune în puncte. De asemenea molibdenul determină o creștere a rezistenței la curgere a oțelurilor inoxidabile austenitice.

Mediile biologice sunt extrem de corozive și de aceea orice îmbunătățire a rezistenței la coroziune este corespunzătoare destinației oțelului.

De asemenea, se cunoaște că prezența azotului în oțelurile inoxidabile austenitice mărește rezistența la curgere a oțelului respectiv.

Dezavantajele oțelurilor existente constau în:

- conținutul de carbon admisibil max. 0,08 %;
- caracteristici mecanice relativ mai scăzute;
- absența testelor de biocompatibilitate pe fiecare lor de bare realizate.

Problema pe care o rezolvă invenția constă în obținerea unui oțel cu caracteristici mecanice, de rezistență la coroziune intergranulară și de puritate în incluziuni nemetalice mărită. Suplimentar testele de biocompatibilitate confirmă posibilitatea utilizării barelor obținute din acest oțel pentru realizarea tijelor pentru implant chirurgical ortopedic pentru osteosinteză.

Prin compoziția chimică propusă a oțelului inoxidabil austenitic cu carbon foarte scăzut, aliat cu molibden și azot: maxim 0,020 % C, maxim 0,025 % P, maxim 0,010 % S, 0,30 – 0,50 % Si, 17,2 – 18,0 % Cr, 10,00 – 10,80 % Ni, 1,40 – 1,80 % Mn, 2,5 – 3,5 % Mo, 0,10 – 0,20 % N, max 0,5 % Cu, restul Fe se înlătură dezavantajele enumerate mai sus.

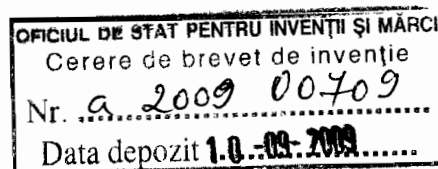
Invenția prezintă următoarele avantaje:

- limitarea conținutului de carbon la o valoare inferioară oțelurilor existente;
- creșterea caracteristicilor mecanice de rezistență;
- creșterea rezistenței la coroziune intergranulară;
- scăderea nivelului de impurificare cu incluziuni nemetalice.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției.

Oțelul, conform invenției, se elaborează într-un cuptor cu inducție în vid tip IS 5/III în stare de funcționare normală, cu căptușeală refractară din material spinelic aluminos, materialele încărcate fiind selecționate pe baza compoziției chimice și stării fizice corespunzând prescripțiilor impuse de compoziția chimică a oțelului, ele fiind constituite din : oțel carbon nealiat cu conținuturi foarte scăzute de sulf și fosfor, nichel electrolitic, feromolibden cu aproximativ 74 % Mo, ferocrom cu aproximativ 70 % Cr și maxim 0,030 % carbon.

În incinta cuptorului se poziționează corespunzător lingotiera pregătită de turnare împreună cu pâlnia intermediară.



După încărcare se închide recipientul și se pornește grupul de pompare pentru a se realiza în stare rece o presiune cât mai scăzută (sub 1 torr).

Topirea se realizează prin mărirea treptată a puterii generatorului și asigurând acordarea $\cos \varphi \sim 1$, pentru a se ajunge la puterea de regim (~ 60 KW). În cursul topirii se supraveghează funcționarea instalației și mersul procesului în creuzet, grupul de pompaj fiind în funcțiune pentru degazare continuă. Când se constată că încep să se producă împrôșcări din topitura în formare, se oprește grupul de pompare pentru producerea vacuumării și se introduce în recipient argon la presiunea de până la 50 torr.

Temperatura recomandată la sfârșitul topirii ~ 1540 °C.

Se prelevează o probă intermediară pentru determinarea conținutului de C și S.

Când temperatura băii metalice atinge ~ 1560 °C se pornește vacuumarea, supraveghind permanent starea băii și oprind pomparea imediat ce intensitatea de fierbere devine prea mare. Se continuă, treptat, scăderea presiunii timp de circa 30 minute, urmând să se atingă un vid cât mai avansat.

Se introduce argon în incintă la presiune de circa 50 torr și se prelevează o nouă probă de oțel pentru verificarea conținutului de C și S. Se introduce Al sub formă de granule pentru dezoxidarea băii de oțel. Se fac adaosuri de corecție, respectiv FeSi₇₅ și Mn metalic. Temperatura trebuie să fie de ~ 1560 °C.

Pentru alierea cu azot, se crește presiunea de argon în incintă la ~ 350 torr și se aliază cu FeCr cu azot. Temperatura trebuie să fie de $\sim 1530 \pm 10$ °C. Înaintea evacuării se prelevează o probă de oțel pentru o analiză chimică completă.

Turnarea se începe ușor pentru a realiza un strat de $\sim 10 - 15$ mm oțel pentru protecția plăcii de bază și se continuă turnarea urmărind menținerea plină a pâlniei intermediare.

După turnare se aerisește instalația. La ~ 20 minute de la turnare se stripează lingoul și se lasă să se răcească în aer.

Din două lingouri provenite de la două șarje identice se realizează, prin sudare, un electrod destinat retopirii sub zgură electroconductoare în instalația tip REZ (retopire electrică sub zgură electroconductoare).

Caracteristicile instalației de retopire REZ utilizată sunt următoarele: putere transformator ~ 800 KVA; tensiune secundar 28-63 V; intensitate curent max. 2800 A.

Cristalizorul REZ are lungime de 1300 mm; conicitate 3 % și pereți dubli răciți cu apă. Dimensiunea electrozilor $\varnothing 64,5 - 80,0$ mm.

Zgura utilizată este din domeniul zgurilor oxidice cu compoziția CaO 20 – 40 %, CaF₂ 15 – 25 % și Al₂O₃ 40 – 60 %, cu observația C max. 0,05 %; S max 0,03 %; P max 0,03 %. Cantitatea maximă de zgură utilizată per retopire ~ 4 kg.

Amorsarea poate fi lichidă sau solidă.

Viteza de retopire 1,5 – 1,8 kg/min.

Lingoul REZ obținut după retopire este supus deformării plastice la cald și tratamentelor termice și se obțin în final bare $\varnothing 5$ mm.

Compoziția chimică obținută la trei șarje experimentale este prezentată în tabelul 1.

Tabelul 1 – Compoziția chimică, [% de masă]

Număr sarjă	C	Mn	Si	P	S	Ni	Cr	Mo	N	Cu
1	0,020	1,46	0,38	0,019	0,005	10,27	17,44	3,09	0,17	0,0143
2	0,018	1,58	0,39	0,021	0,009	10,19	17,33	2,94	0,18	0,0153
3	0,017	1,49	0,37	0,022	0,008	10,39	17,92	3,29	0,14	0,0108

Rezistența superioară la coroziune intergranulară a fost verificată prin testul Monypenny Strauss, conform standard SR EN ISO 3651-1:1998.

În stare complet recopt oțelul este lipsit de ferită delta, fiind amagnetic.

Mărimea de grăunte s-a situat peste valoarea de 6.

Conținutul de incluziuni nemetalice ultra scăzut determinat pe barele cu dimensiune limită (\varnothing 5 mm) obținute după deformare este prezentat în tabelul 2.

Tabelul 2 - Punctaje incluziuni nemetalice maxime / medie

Număr șarjă	A		B		C		D	
	S	G	S	G	S	G	S	G
1	0,5/0,166	-	0,5/0,055	-	-	-	1,5/1,05	1,0/0,38
2	0,5/0,193	-	0,5/0,083	-	-	-	1,5/1,16	1,0/0,52
3	0,5/0,182	-	0,5/0,096	-	-	-	1,5/1,22	1,0/0,44

Caracteristicile mecanice sunt prezentate în tabelul 3.

Tabelul 3 – Caracteristici mecanice

Număr șarjă	Rezistența la rupere R_m MPa
1	1263
2	1182
3	1290

rețele de biocompatibilitate au inclus evaluarea stabilității materialelor în mediul de cultură, evaluarea citotoxicității componentelor solubile eliberate din structura biomaterialelor în urma contactului cu mediul de cultura și analiza biocompatibilității suprafețelor (adeziune, proliferare celulară). Adeziunea celulară a fost urmărită prin urmărirea morfologiei celulare.

Rezultatele acestor teste au confirmat comportarea bună a oțelului propus în această invenție.

REVENDICĂRI

Oțel inoxidabil austenitic cu carbon scăzut, aliat cu molibden și azot, biocompatibil, caracterizat prin aceea că are următoarea compoziție chimică: maxim 0,020 % C, maxim 0,025 % P, maxim 0,010 % S, 0,30 – 0,50 % Si, 17,2 – 18,0 % Cr, 10,00 – 10,80 % Ni, 1,40 – 1,80 % Mn, 2,5 – 3,5 % Mo, 0,10 – 0,20 % N, max 0,5 % Cu, restul Fe.