

(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2014 00639

(22) Data de depozit: 21.08.2014

(41) Data publicării cererii:
27.02.2015 BOPi nr. 2/2015

(71) Solicitant:
• INSTITUTUL NAȚIONAL DE
CERCETARE-DEZVOLTARE PENTRU
FIZICA MATERIALELOR (INCDFM),
STR. ATOMIȘTILOR NR. 105 BIS,
MĂGURELE, IF, RO

(72) Inventatori:
• STAN GEORGE,
STR. PROF. DR. GHEORGHE MARINESCU
NR. 14, BĂRLAD, VS, RO;
• POPA ADRIAN-CLAUDIU,
BD. IULIU MANIU NR. 79, BL. 1, SC. 1,
AP. 3, SECTOR 6, BUCUREȘTI, B, RO

(54) **METODĂ DE REALIZARE A UNUI IMPLANT DENTAR DE
TITAN CU ACOPERIRE DE STICLĂ BIOACTIVĂ FĂRĂ OXIZI
ALCALINI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la o metodă de realizare a unui implant dentar acoperit cu straturi subțiri de sticlă bioactivă, fără elemente alcaline, sintetizat prin tehnologia pulverizării în câmp magnetron în regim de radiofrecvență, implantul având osteointegrare rapidă în procesul de restaurare dentară. Metoda conform invenției constă în biofuncționalizarea suprafeței exterioare a implantului, prin pulverizare în plasmă, în câmp magnetron în regim de radiofrecvență într-o atmosferă de 100% argon, la o presiune de 0,45 Pa, putere de 75 W, distanța țintă-substrat de 25 mm și o temperatură joasă de depunere < 150°C, acest algoritm de depunere permițând depunerea pe substraturile implantologice tridimensionale tip șurub a unor filme subțiri amorphe, sub-micronice, de 500 nm, continue și uniforme, ce reproduc cu fidelitate compoziția și structura complexă a materialului sursă, filmele fiind realizate din sticlă bioactivă, fără elemente alcaline din familia compozițională $\text{SiO}_2\text{-CaO-MgO-P}_2\text{O}_5\text{-ZnO-SrO}$, cu coeficient de dilatare termică apropiat de al titanului și a aliajelor sale, capabil să asigure straturilor de sticlă bioactivă o aderență foarte bună la substratul metalic tridimensional > 60 MPa și o capacitate ridicată de biomineralizare.

Revendicări: 1
Figuri: 8

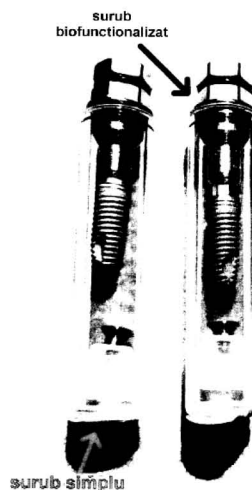


Fig. 2

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).



DESCRIERE

a 2014-00639

21.08.2014

16

În prezent, medicina modernă face tot mai des apel la diferite materiale sintetice (denumite generic „biomateriale”) pentru a ranforșa, a trata sau a proteza țesuturile vii. Biomaterialele trebuie să satisfacă simultan o serie de criterii de calitate: mecanice (duritate, rezistența la deformare, șoc sau oboseală), chimice (stabilitate, rezistență la coroziune) și biologice (compatibilitate cu țesutul înconjurător). Un domeniu în care s-a investit și se investește foarte mult la nivel mondial este stomatologia și chirurgia ortopedică, în încercarea de etalare de noi produse implantologice performante destinate operațiilor chirurgicale de refacere sau înlocuire a părților și țesuturilor osoase bolnave sau lezate.

Pe parcursul ultimelor patru decenii pentru fabricarea implanturilor și dispozitivelor protetice au fost preferate biomaterialele metalice, datorită proprietăților lor mecanice excelente. Însă, majoritatea biomaterialelor metalice (oțeluri inoxidabile, aliaje Co-Cr sau aliaje de titan) nu posedă calități chimice și biologice satisfăcătoare din punct de vedere medical. Există riscul unor reacții biologice adverse pentru un număr mare de biomateriale metalice.

Chiar și în cazul titanului (Ti) și aliajelor sale de grad medical, materiale implantologice moderne care cunosc astăzi o răspândire largă la nivel mondial (datorită rezistenței remarcabile la coroziune și proprietăților excelente de elasticitate, duritate și rezistență mecanică raportate la densitatea sa masică mică (4.5 g/cm^3), apropiată de a osului), acumulările de ioni metalici în varii organe, semnalate în cadrul testelor *in vivo* pe model animal, induc incertitudini asupra eficienței lor terapeutice și siguranței în exploatare pe termen lung.

În plus, suprafața metalică sau pasivată a implanturilor este recunoscută a fi doar biotolerată, neconducând la o osteointegrare rapidă și eficientă a implanturilor în țesuturile conjunctive dure gazdă. Post-operator au fost semnalate foarte frecvent incapsulari cu țesut fibros neaderent care înconjoară implantul metalic având ca scop izolarea acestuia de mediul intern, fapt ce poate împiedica propagarea corectă a tensiunilor biomecanice și chiar dislocarea implantului.

În vederea augmentării biocompatibilității și a inducerii unei fixări naturale a implantului în situl de implantare prin procese biomimetice de osteointegrare, s-a introdus conceptul acoperirii dispozitivelor medicale metalice, posedând proprietățile mecanice optime, cu straturi din alte materiale, cel mai adesea ceramice, cu biocompatibilitate superioară și rol biologic activ. Un material bioactiv este acela „care induce un răspuns biologic specific, ce culminează cu formarea unei legături puternice între țesut și implant” [P. Ducheyne. J. Bone Joint. Surg. 76-B (1994) 861.]. Materialele bioactive pot astfel conduce în contact cu mediul intertisular la stimularea refacerii țesuturilor osoase și la formarea de structuri conective puternice la interfața cu osul.

Hidroxiapatita de calciu cristalină [HA , $\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$], componenta minerală majoritară a țesutului osos, este în prezent cel mai cunoscut material bioactiv, cu o capacitate osteoconectivă dovedită prin teste clinice. În ultimele două decenii, HA a fost aplicată sub formă de acoperiri groase ((sute de micrometri) sintetizate prin plasma spray, în special pentru protezele articulației soldului (pentru cupa acetabulară sau pentru tija intramedulară femurală).

Straturile groase sunt însă susceptibile la o aderență redusă și chiar la apariția fenomenelor de delaminare datorate încărcării mecanice sau oboselii și/sau diferenței dintre coeficienții de dilatare termică dintre HA și Ti.

Alte inconveniente greu de evitat în cazul acoperirilor de HA groase fabricate prin plasma spray sunt fragilitatea, neomogenitatea compozițională (aceasta fiind și cauza unui proces de solubilizare *in vivo* greu predictibil), și viteza lentă de osteointegrare. Nu se întrevăd îmbunătățiri importante în cercetarea legată de acest material.

Piața implanturilor cunoaște astăzi o dezvoltare explozivă datorită creșterii speranței de viață și accesibilității la servicii medicale de calitate. De aceea, găsirea unor noi materiale, noi modele arhitecturale implantologice și tehnici de depunere ale acestor noi tipuri de structuri reprezintă o obligativitate pentru cercetătorii din domeniul biomaterialelor.

O soluție alternativă hidroxiapatitei este reprezentată de sticla bioactivă (sau biosticla, BG), compus chimic care face parte dintr-o familie compozițională recunoscută a avea proprietățile de bioactivitate cele mai bune, fapt demonstrat de realizarea conexiunii cu țesuturile vii într-un interval temporal redus. Biosticlele au o structură reprezentată de o matrice amorfă de SiO_2 care înglobează în principal atomi de Ca și P, dar și alte elemente precum Na, Mg, K, F, Zn sau Sr, care vor putea

iniția și stimula procesul biomineralizare (formarea unui strat gros, rugos și cristalin de hidroxiapatită [L.L. Hench, J Am Ceram Soc. 74 (1991) 1487.]), necesar realizării legăturii dintre implant și țesutul conjunctiv dur (osul).

Până în prezent sticlele bioactive au fost folosite clinic, doar sub formă de pulberi sau volume solide, ca suport sau starter regenerativ în cadrul aplicațiilor stomatologice sau ortopedice. În practica medicală nu se găsesc implanturi comerciale bioactive pe bază de acoperiri groase sau filme subțiri de biosticlă.

Proprietățile mecanice deficitare la interfața BG/Ti, determinate de diferența mare dintre coeficienții de dilatare termică a compozițiilor clasice BG ($\sim 15-17 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$ [L.L. Hench, J Am Ceram Soc. 74 (1991) 1487.]) și Ti sau aliajele sale ($\sim 9.2-9.6 \times 10^{-6}/^{\circ}\text{C}$), sunt cele care au împiedicat dezvoltarea de aplicații clinice fezabile.

Însă, în perioada recentă au fost realizate progrese remarcabile în domeniul biosticlelor [J.R. Jones, A. Clare. Bio-glasses: An Introduction, John Wiley & Sons Ltd. 2012; US4775646 A; US6482444 B1; 20090208428.]. Prin realizarea de substituții oxidice (cu MgO, ZnO, SrO, CaF₂, B₂O₃ și/sau Ag₂O) [J.R. Jones, A. Clare, Bio-glasses: An Introduction, John Wiley & Sons Ltd, 2012.] în compoziția biosticlei originare (wt. %: 45-SiO₂, 24.5-CaO, 24.5-Na₂O și 6-P₂O₅ [L.L. Hench, J Am Ceram Soc. 74 (1991) 1487.]), s-a reușit reducerea semnificativă a coeficienților de dilatare termică, fără modificarea potențialului biologic al biomaterialelor, ceea ce poate deschide calea către dezvoltarea de acoperiri implantologice viabile uzului clinic la scară largă.

Părintele biosticlei, L.L. Hench, prezintă în premieră în documentul US4775646 A [„*Partial substitution of calcium oxide with calcium fluoride; prosthetic devices*”] un procedeu de realizare, prin tehnica clasică topice-răcire rapidă, a unui nou sistem compozițional BG, cu substituție controlată de CaO cu CaF₂, prezentând proprietăți de bioactivitate excelente atunci când este expus în soluții fiziologice sintetice. Autorii indică faptul că materialele BG sintetizate sunt potrivite pentru fabricarea de acoperiri pentru implanturi cu încărcări mecanice mari.

În documentul US6482444 B1 [„*Silver-containing, sol/gel derived bioglass compositions*”] se prezintă o metodă de realizare prin tehnologia umedă sol-gel de biosticle dopate cu ioni de argint (Ag₂O: 0.1-12 wt. %), capabile să inducă atât o biomineralizare rapidă cât și o acțiune antimicrobiană.

De asemenea, în documentul 20090208428 [intitulat „*Bioactive glass*”] se prezintă o metodă fiabilă de realizare de pulberi de biosticlă prin substituții multiple în formulația chimică clasică (SrO, K₂O, MgO, ZnO, B₂O₃, CaF₂ și Ag₂O).

Documentul WO2009081120 A1 [„*Bioactive glass coatings*”] prezintă o metodă de realizare de biosticle (familia compozițională propusă conținând: 35-53 mol.%; SiO₂, 2-11 mol.%; Na₂O; cel puțin 2% de CaO, MgO și K₂O; între 0-15 mol.% ZnO, 0-2 mol.% B₂O₃ și 0-9 mol.% P₂O₅) cu coeficienți de dilatare termică compatibili cu cei ai aliajelor de tip Ti6Al4V și Co-Cr. Nu sunt prezentate rezultatele aplicării practice a biosticlelor pentru prepararea de acoperiri implantologice.

Problema tehnică pe care o rezolvă prezenta invenție constă în prezentarea elementelor tehnice de obținere prin metoda pulverizării în câmp magnetron în regim de radio-frecvență a unui implant dentar (tip șurub Alpha-Bio) cu acoperire de BG în forma de strat subțire aderent, uniform și cu proprietăți de bioactivitate excelente.

În cazul utilizării de acoperiri groase micrometrice, există riscul real de apariție a mișcărilor implantului *in situ*, care pot conduce implicit și la creșterea riscului de eșec a dispozitivului medical în cauză. Credem că prin introducerea unui design implantologic bazat pe filme biofuncționale BG subțiri s-ar spori considerabil siguranța în operare. În plus, producerea unor acoperiri bioactive subțiri ar implica și o reducere semnificativă a timpului de procesare cu consecințe economice pozitive directe.

Realizarea de acoperiri BG subțiri cu aderență foarte bună, având proprietăți structurale și biologice superioare, pe implanturi dentare (șuruburi) este de așteptat să determine osteointegrarea rapidă, și să conducă la sporirea confortului pacientului prin scurtarea timpului de vindecare.

Metoda propusă, de realizare a unei acoperiri BG uniforme, aderente și înalt bioactive pe implant dentar în vederea accelerării procesului de osteointegrare, rezolvă aceasta problemă tehnică prin aceea că constă din utilizarea ca tinta catod a unui nou sistem compozițional de sticlă bioactivă

14

cu capacitate antimicrobiană, fără oxizi metalici alcalini [$\text{SiO}_2\text{-CaO-MgO-P}_2\text{O}_5\text{-ZnO-SrO}$], pentru realizarea de filme subțiri BG (~500 nm) prin tehnica RF-MS pe un șurub dentar rotit în timpul depunerii prin pulverizare magnetron cu viteză lentă (1.5 rot/min). Condițiile de depunere sunt: presiune de lucru de 0.45 Pa, putere 75 W, atmosferă inerta de argon și distanță țintă-substrat 25 mm. Invenția permite obținerea unor implanturi dentare cu geometrie trimensională acoperite cu filme subțiri BG aderente, cu abateri compoziționale și structurale față de țintă minime, având proprietăți bioactive și antimicrobiene excelente.

Invenția este prezentată pe larg în continuare cu referire și la Figurile 1–8, care reprezintă:

Fig. 1 – captură din timpul procesului biofuncționalizare a implantului dentar cu acoperire BG prin pulverizare în câmp magnetron;

Fig. 2 – imagini ale unui implant dentar (șurub de Ti6Al4V) simplu și unui implant dentar biofuncționalizat cu BG;

Fig. 3a,b – morfologia suprafeței acoperirii BG evidențiată prin imagini de microscopie electronică de baleiaj (a-vedere panoramică; b-vedere de detaliu);

Fig. 4 – cartografiere compozițională EDS realizată pe suprafața filmului BG depus pe implantul dentar;

Fig. 5 – spectrele FTIR comparative ale țintei catod (sursa) și filmului de BG simplu depus pe substrat metalic;

Fig. 6 – morfologia suprafeței implantului biofuncționalizat cu BG după imersia timp de 28 de zile în condiții biomimetice în soluție fiziologică sintetică;

Fig. 7 – spectrele FTIR comparative ale filmului BG înainte (linie albastră) și după imersia timp de 28 de zile în condiții biomimetice în soluție fiziologică sintetică (linie maro). Cu linie magenta este figurat spectrul unei pulberi înalt cristaline de hidroxiapatită;

Fig. 8 – diagrama de raze X a implantului dentar biofuncționalizat cu BG, înregistrată după 28 de zile de testare *in vitro* în condiții biomimetice în soluție fiziologică sintetică.

Spre deosebire de metodele de depunere concurente, tehnologia de depunere prin pulverizare în câmp magnetron în regim de radio-frecvență (RF-MS), permite sintetizarea de filme uniforme cu aderență foarte bună pe substraturi de dimensiuni mari având chiar și geometrii complexe tri-dimensionale. Un alt avantaj al RF-MS este reprezentat de ușurința realizării transferului (scalării) la nivel industrial.

Sticlele bioactive fără oxizi alcalini pot elimina o serie de dezavantaje ale sistemelor compoziționale consacrate prin reducerea coeficientului de dilatare termică până la valori apropiate de Ti și aliaje sale de grad medical sau a higroscopicității, fără scăderea potențialului osteointegrator.

Potrivit invenției, înaintea biofuncționalizării cu straturi de BG, implanturile dentare se degresează în acetonă și apoi se spală prin ultrasonare în alcool iso-propilic timp de câte 10 minute și se usucă prin purjare în argon (similar RO 128190 B1).

Obiectivul invenției constând din fabricarea de implanturi dentare biofuncționalizate cu BG prin metoda RF-MS s-a realizat cu ajutorul unui sistem de depunere tip UVN-75-R1.

În cadrul procesului de depunere prin RF-MS s-a utilizat o țintă din pulbere BG [mol. %: 40- SiO_2 , 34- CaO , 15- MgO , 6- P_2O_5 , 4- ZnO și 1- SrO], sintetizată prin metoda clasică topire-răcire rapidă, utilizând ca reactivi chimici SiO_2 , CaCO_3 , MgCO_3 , $\text{NH}_4\text{H}_2\text{PO}_4$, ZnO și SrCO_3 . Implanturile dentare sub formă de șurub din super-aliaje Ti6Al4V (producător Alpha-Bio) au fost fixate pe un ax rotitor paralel cu suprafața țintei, aflată la o distanță de 25 mm.

Procedura de depunere a început prin realizarea inițial în incinta de lucru a unui vid de 10^{-3} Pa, urmată apoi de o etapă de degazare a substraturilor prin încălzirea lor până la 400–500°C cu ajutorul unei lămpi incandescente. Într-o etapă ulterioară a fost introdus gazul de lucru, și înaintea procesului de depunere propriu-zisă s-a realizat o corodare a substraturilor într-o plasmă de argon produsă de un plasmatron cu filament de wolfram (similar RO 128190 B1), în scopul curățării și activării suprafețelor implanturilor dentare metalice.

Implanturile (3D) tip șurub dentar au fost rotite în plasma magnetron cu o viteză de 1.5 rot/min, în vederea asigurării unei bune calități a stratului BG de funcționalizare atât din punctul de vedere al uniformității compozițional-structurale cât și al grosimii. Filmele BG au fost preparate în

FORM. B 01 - cititi Ghidul de completare

CA-2014-00639
21-08-2014

15
modul RF (1.78 MHz) la o presiune de argon de 0.45 Pa și putere de 75 W. Temperatura maximă a substraturilor în timpul depunerii a ajuns la maximum 150°C, filmele obținute fiind vitroase.

În Fig. 1 este prezentată o captură reprezentativă din timpul procesului de depunere. În Fig. 2 este prezentată o fotografie comparativă a unui implant tip surub de titan biofuncționalizat cu BG și a unui implant simplu nedepus. În Fig. 3 sunt prezentate imagini de microscopie electronică de baleiaj (SEM) tipice acoperirilor BG depuse pe șuruburi de Ti cu suprafața rugoasă, filmul copiind fidel relieful substratului metalic. Un strat de BG cu grosime de 500 nm este suficient pentru acoperirea continuă și omogenă chiar și a unui astfel de profil complex, așa cum au arătat cartografiile elementale EDS (Fig. 4).

Spectrele IR (Fig. 5) ale filmelor BG au prezentat o alură similară materialului utilizat ca țintă catod, caracterizate prin prezența unei benzi centrale largi (specifice unui material cu un grad înalt de dezordine), având două maxime pronunțate, poziționate la $\sim 921 \text{ cm}^{-1}$ (mod de întindere a legăturilor Si-O în unitățile structurale Q^2) și $\sim 1003 \text{ cm}^{-1}$ (mod de întindere a legăturilor Si-O în unitățile structurale Q^3), dar și un umăr de mică intensitate situat la $\sim 855 \text{ cm}^{-1}$ (corespunzând vibrațiilor de întindere a legăturilor Si-O din unitățile structurale Q^1).

Dominanța benzilor de vibrație aparținând grupurilor silicat Q^2 (cu 2 atomi de oxigen nepunțați), demonstrează gradul puternic de depolimerizare al rețelei biosticlei, și este datorat prezentei unei concentrații mari de modificatori de rețea în structură. O astfel de structură este benefică unei bioactivități sporite [J.R. Jones, A. Clare, Bio-glasses: An Introduction, John Wiley & Sons Ltd. 2012: WO2009081120 A1].

Se observă excelenta similitudine a structurii filmului BG cu cea etalată de spectrul pulberii țintă (Fig. 5), atât din punctul de vedere al raportului Q^2/Q^3 , cât și a poziției benzilor de vibrație. Este indicată astfel o foarte bună replicare a compoziției și structurii materialului sursă în cadrul algoritmului tehnologic propus.

Varierea parametrilor principali de lucru (e.g. presiune de depunere, compoziție atmosfera de lucru) conduce la modificări controlabile ale compoziției și structurii filmelor BG depuse.

Testarea aderenței filmelor BG (0.45 Pa argon) a fost realizată pe structuri depuse pe plăcuțe de Ti6Al4V prin metoda „pull-out test”, conform standardelor (ASTM D4541-09e1 și ISO 4624). Valori mai mari de 60 MPa au fost obținute, deci superioare celor impuse de standardele internaționale pentru acoperirile implantologice (ISO 13779-2:2009).

Bioreactivitatea implanturilor funcționalizate cu BG a fost investigată prin imersie în soluții fizilogice sintetice (*simulated body fluid, SBF*), cu următoarea concentrație ionică (în mMol): 142 Na^+ , 5 K^+ , 2.5 Ca^{2+} , 1.5 Mg^{2+} , 147.8 Cl^- , 4.2 HCO_3^- , 1.0 HPO_4^{2-} și 0.5 SO_4^{2-} . pH-ul soluției a fost ajustat la 7.4 cu tris-hidroximetil-aminometan și soluție de HCl (standardului ISO/FDIS 23317:2007). Testele de evaluare a capacității de biomineralizare, realizate conform standardului ISO/FDIS 23317:2007, au fost efectuate prin imersarea probelor timp de 28 de zile.

Identificarea modificărilor survenite în urma testării *in vitro* în condiții biometice a fost realizată prin microscopie electronică de baleiaj (SEM), spectroscopie în IR cu transformată Fourier în modul reflexie totală atenuată (FTIR-ATR, rezoluție 4 cm^{-1} , scanare între $4000\text{--}550 \text{ cm}^{-1}$) și difracție de raze X în incidență razantă (GIXRD, unghi de incidență de 2° , în fascicul paralel, radiație $\text{CuK}\alpha$, $\lambda=0,15406 \text{ nm}$, scanare între $20\text{--}50^\circ$, pas 0.04°).

Acoperirile biofuncționale implantologice BG trebuie să prezinte capacitatea de biomineralizare *in vitro* și *in vivo*, prin procese de degradare controlată și inducerea creșterii de straturi de hidroxiapatită [L.L. Hench, J Am Ceram Soc. 74 (1991) 1487.], concomitent cu regenerarea de os nou.

După testarea *in vitro* în SBF morfologia suprafeței implanturilor biofuncționalizate a fost modificată radical (Fig. 6), fiind convertită la un aspect rugos, compus dintr-o patură de grăunți aciculari alungiți. Acest tip de creștere este specific depunerilor de hidroxiapatită realizate în condiții biomimetice [L.L. Hench, J Am Ceram Soc. 74 (1991) 1487.].

După 28 de zile de testare *in vitro* analizele FTIR (Fig. 7) au relevat noi benzi IR intense și bine definite specifice modurilor de vibrație tip întindere simetrică ν_1 și asimetrică ν_3 a grupărilor fosfat într-o structură de tip apatitic [M. Markovic et al., J Res Natl Inst Stand Technol 109 (2004) 553.], cu maximele poziționate la următoarele numere de undă: 961, 1026 și 1090 cm^{-1} . Aspectul îngust al acestor benzi de vibrație, sunt un indicator al cristalizării structurii apatitice, fapt ce va fi confirmat ulterior și de analizele de difracție (Fig. 8). A fost remarcată de asemenea și prezența unei

12

benzi de vibrație de intensitate mai mică, centrată la $\sim 871 \text{ cm}^{-1}$, corespunzând cel mai probabil suprapunerii modurilor de deformare ν_2 ale grupărilor carbonat și vibrațiilor ionilor acid fosfat, ceea ce demonstrează pe de o parte că în timpul proceselor de structurare și cristalizare stratul de fosfat de calciu încorporează diferite structuri moleculare/ioni aflate interfața lichid-solid, dar și ca acesta prezintă un anumit grad de dezordine structurală, stratul crescut în condiții biomimetice conținând și domenii neapatitice hidratate [L.L. Hench, J Am Ceram Soc. 74 (1991) 1487.].

Difractogramele GIXRD ale implanturilor biofuncționalizate testate *in vitro* în SBF (Fig. 8), au relevat pe langa maximele dominante corespunzând substratului (Ti, ICDD: 00-044-1294) și linii de difracție suplimentare, largi și de intensitate mai redusă, aparținând unei faze de hidroxiapatită dezordonată și slab cristalizată (ICDD: 00-009-0432), cu intensitatea liniei (002) semnificativ crescută comparativ cu fișa de referință, demonstrând tendința de creștere preferențială *c-axis* a cristalitelor HA, în acord cu observațiile SEM (Fig. 6) care au relevat ca stratul crescut chimic este compus din grăunți nanometrici aciculari.

Astfel, invenția arată că acoperiri subțiri aderente de BG cu structură și compoziție controlabilă, și cu capacitate excelentă de biomineralizate probată, pot fi fabricate cu succes prin pulverizare în câmp magnetron pe implanturi cu geometrie complexă tridimensională, ceea ce deschide drumul către o gamă mare de aplicații medicale de reconstrucție osoasă cu performanțe superioare.

2014 - 00639
21-08-2014

REVENDICARE

Metodă de realizare a unui implant dentar cu osteointegrare rapidă pentru restaurații dentare, prin biofuncționalizarea sa cu straturi înalt bioactive prin pulverizare în plasmă în câmp magnetron în regim de radio-frecvență, caracterizată prin aceea că, algoritmul de depunere (presiune 0.45 Pa, gaz de lucru=argon 100%, putere 75 W, distanță țintă-substrat 25 mm, temperatură de depunere joasă <math><150^{\circ}\text{C}</math>) permite realizarea pe substraturile implantologice cu geometrie tridimensională (tip șurub) a unor filme subțiri amorfe submicrometrice (~500 nm) continue și uniforme, reproducând cu fidelitate compoziția și structura complexă a materialului sursă – sticlă bioactivă (BG) fără elemente alcaline din familia compozițională $\text{SiO}_2\text{-CaO-MgO-P}_2\text{O}_5\text{-ZnO-SrO}$ cu coeficient de dilatare termică apropiat de al titanului și aliajelor sale, capabil să asigure straturilor BG o aderență foarte bună la substratul metalic tridimensional (> 60 MPa) și o capacitate de biomineralizare excelentă.

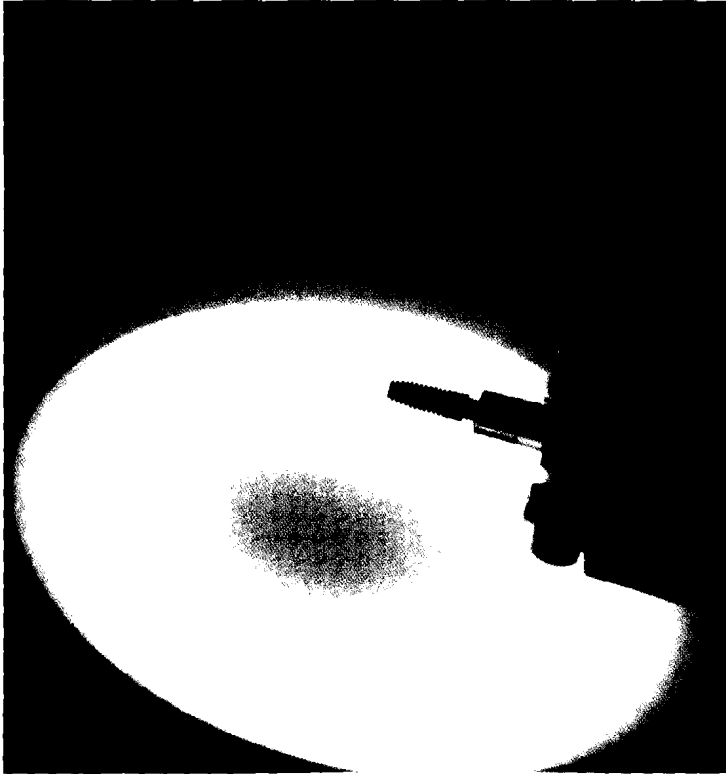
α-2014-00639

21-08-2014

10

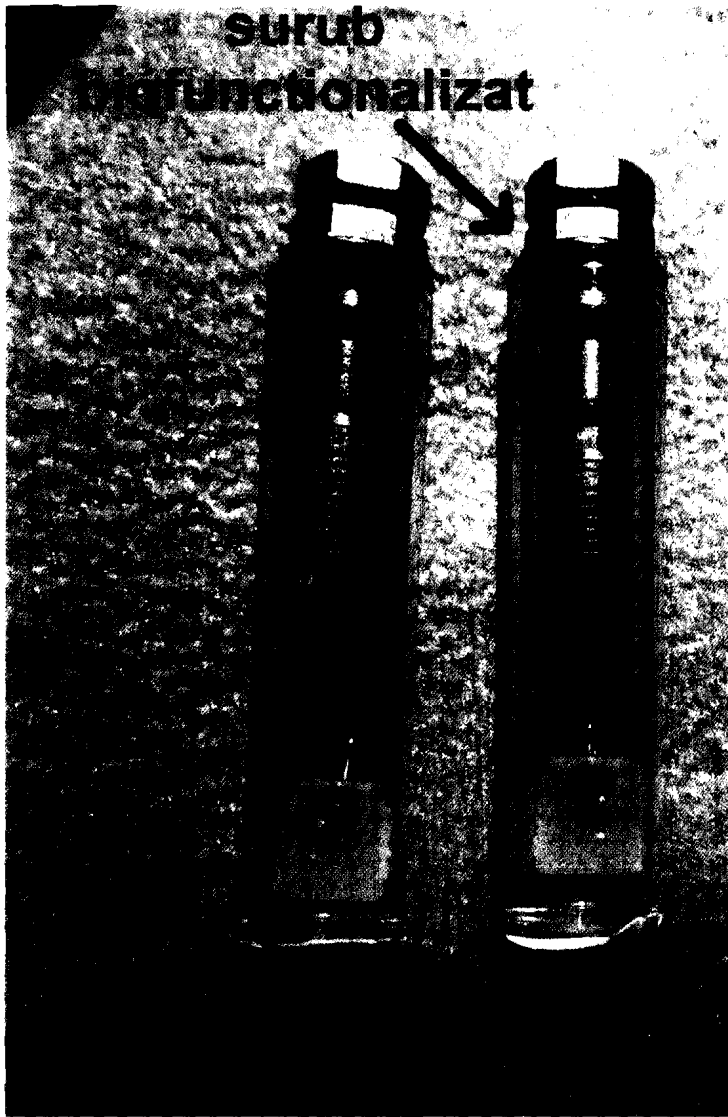
DESENE/FIGURI

Fig. 1



a-2014-00639
21-08-2014

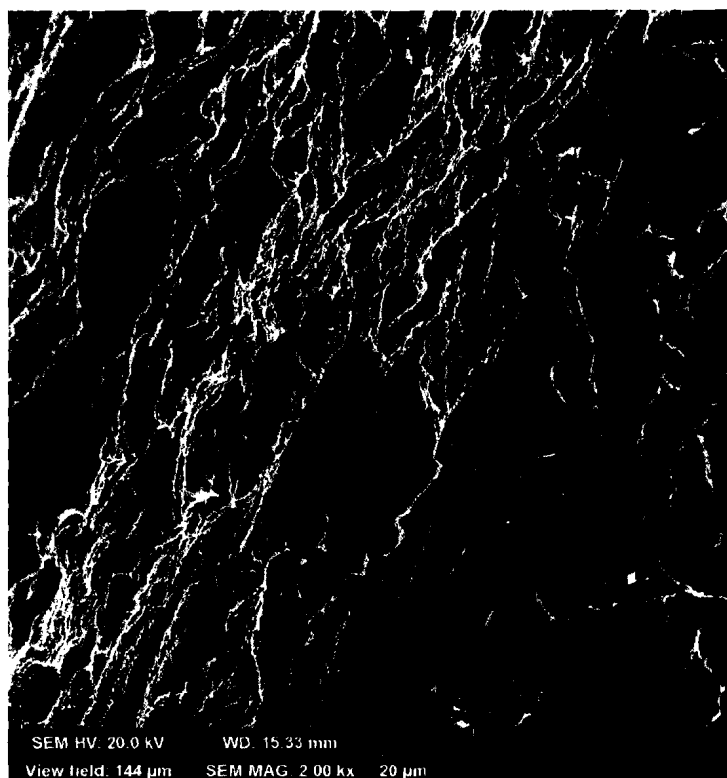
Fig. 2



a-2014-00639

21-08-2014

Fig. 3-a

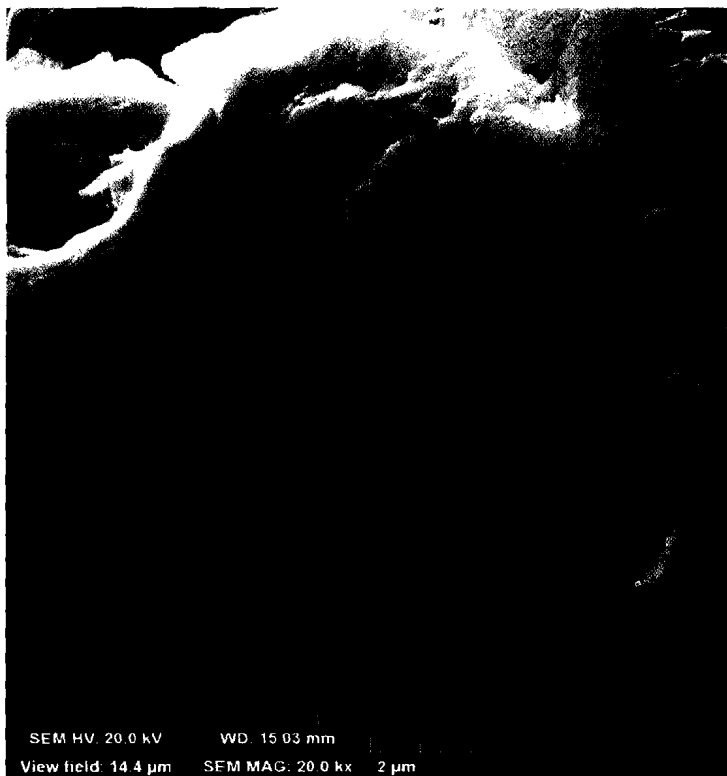


8

a-2014-00639
21-08-2014

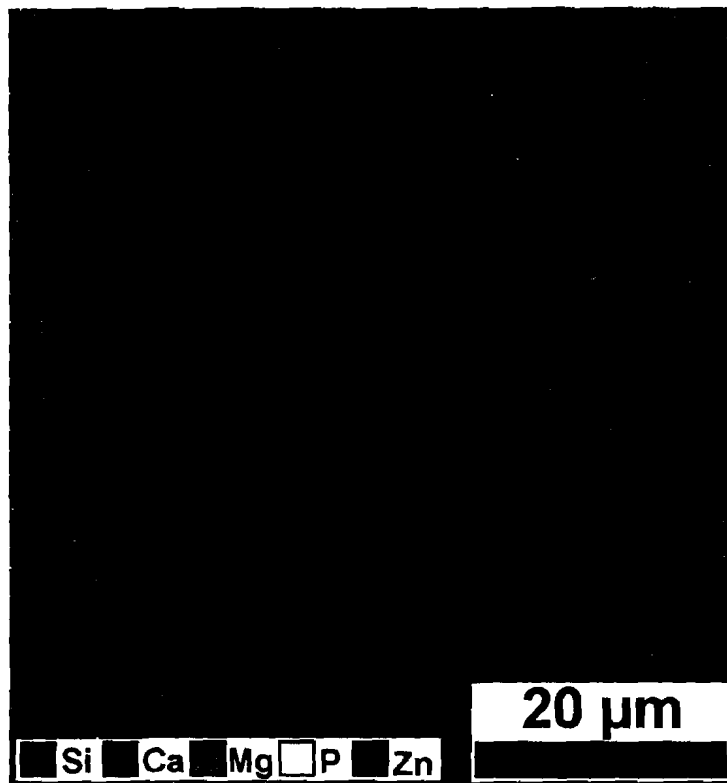
7

Fig. 3-b



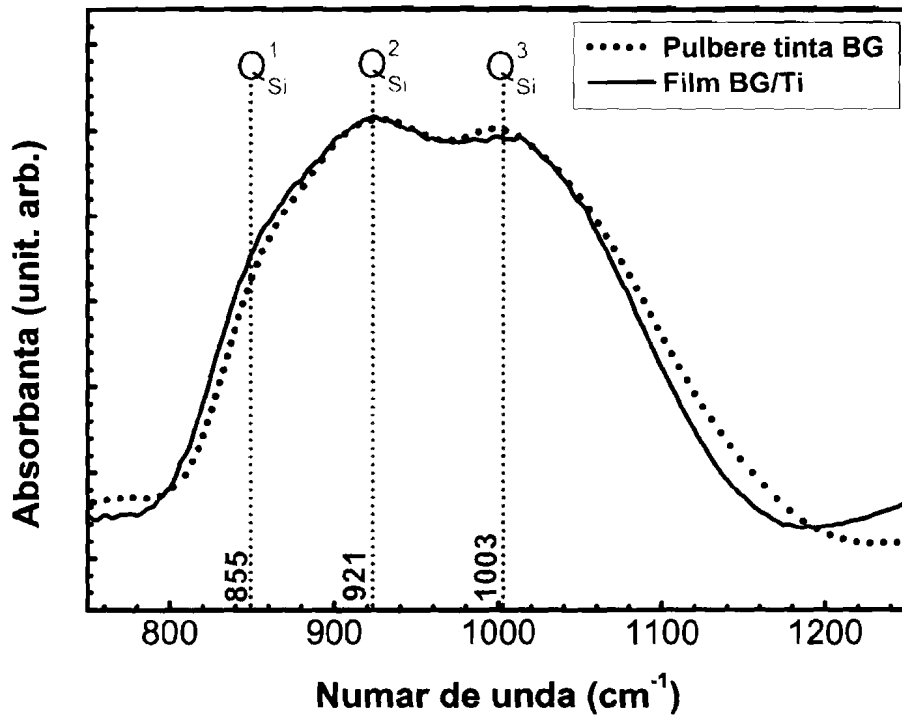
Q-2014-00639
21-08-2014

Fig. 4



a-2014-00639
21-08-2014

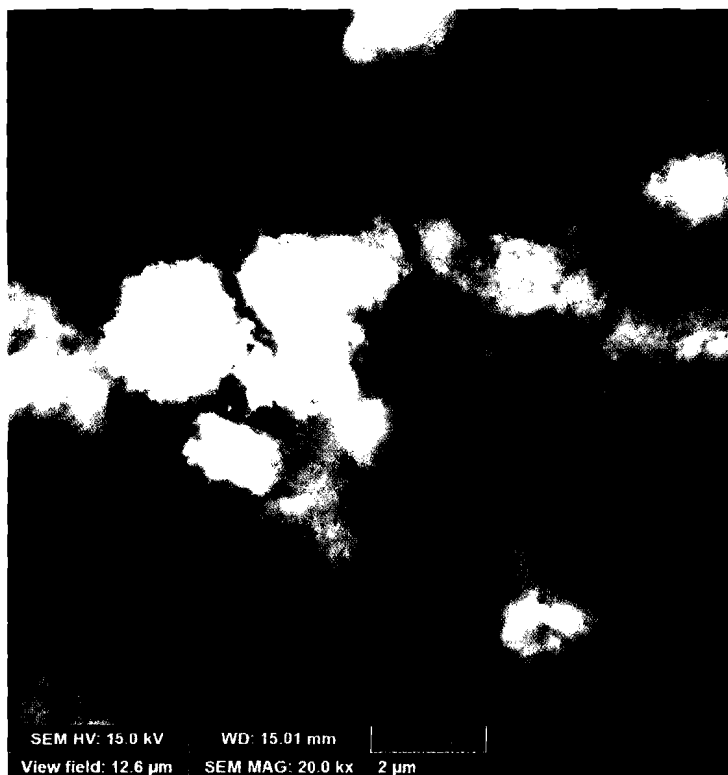
Fig. 5



9-2014-00639

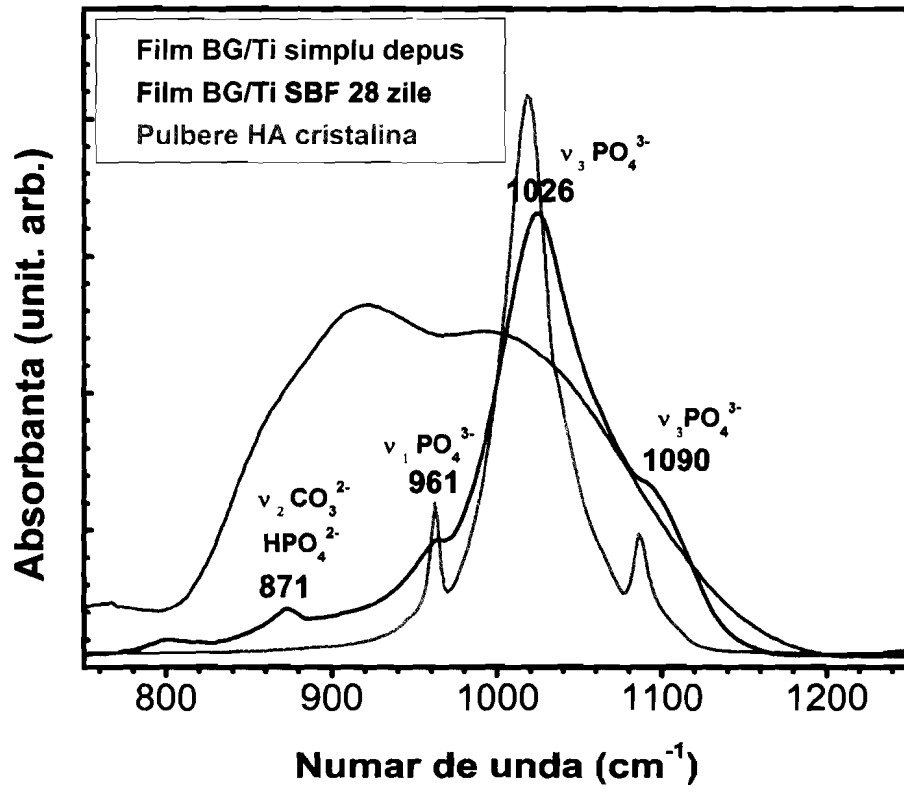
21-08-2014

Fig. 6



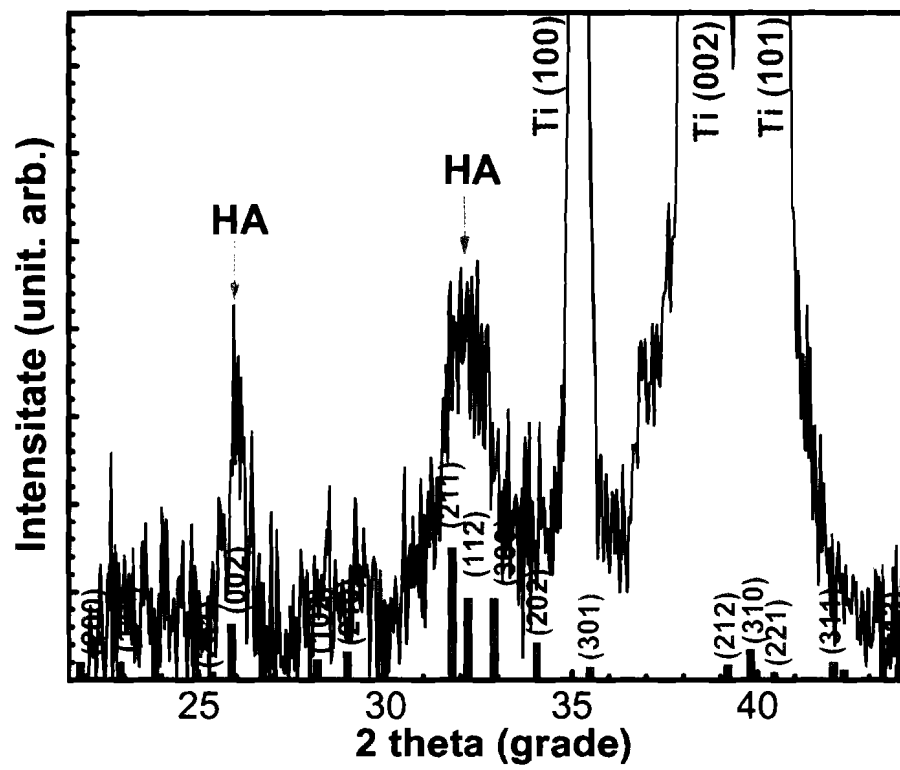
q-2014-00639
21-08-2014

Fig. 7



A-2014-00639
21-08-2014

Fig. 8



9-2014-00639

21-08-2014