

(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2017 00759**

(22) Data de depozit: **27/09/2017**

(41) Data publicării cererii:
30/05/2018 BOPI nr. **5/2018**

(71) Solicitant:
• **UNIVERSITATEA DIN CRAIOVA,**
STR. ALEXANDRU IOAN CUZA NR.13,
CRAIOVA, DJ, RO

(72) Inventatori:
• **TEIȘANU ALINA CRISTINA,**
STR. MIRCEȘTI, NR.16, BL. M1, SC.1, AP.5,
CRAIOVA, DJ, RO;

• **SIMA GABRIELA,**
BD. TUDOR VLADIMIRESCU, NR.92,
BL.TS 16, SC.3, AP.4, DROBETA TURNU
SEVERIN, MH, RO;
• **PISC MARIAN GEORGE,**
STR. DESNĂȚUI, BL. A1, SC.1, ET.2, AP.8,
CRAIOVA, DJ, RO;
• **CIUREZU GHEORGHE LEONARD**
MARIUS, *STR.PETRE ISPIRESCU, BL.12,*
SC.1, AP.4, CRAIOVA, DJ, RO;
• **GINGU OANA,** *ALEEA TEATRULUI, NR.6,*
BL. T3A, SC.A, ET.2, AP.6, CRAIOVA, DJ,
RO

(54) **SEMIFABRICAT BIOCOMPOZIT ÎN STARE CRUDĂ
ȘI INSTALAȚIE MANUALĂ DE FORMARE A ACESTUIA**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un semifabricat biocompozit, un procedeu de obținere a acestuia și o instalație de aplicare a procedurii, cu utilizare în reconstrucția osoasă. Semifabricatul conform invenției este constituit, în procente de volum, din 35...40% pulberi de Ti6Al4V, 15...25% pulberi de hidroxiapatită, 3...7% ceară de albine, 10...15% ceară de parafină, 1...10% ceară de palmier, 1...4% acid stearic și 17...25% etilen-acetat de vinil, având o porozitate de 30...40% și o dimensiune medie a porilor de 0,8...1,4 mm. Procedeu conform invenției constă în elaborarea amestecului de materii prime și formarea prin injecție în matrită, la joasă sau medie presiune, și la temperatură sensibil superioară mediului ambiant. Instalația conform invenției este formată dintr-o cameră (1) de încălzire a materiei prime, un piston (4) superior de injecție, acționat manual, care transferă materia primă într-un subsansamblu format din matrită (7.1) de injecție, pistonul (7.2) inferior de injecție și un miez (7.3) profilat interschimbabil, având o geometrie interioară corespunzătoare geometriei exterioare a semifabricatului în stare crudă, precum și elemente de încălzire (2), monitorizare a temperaturii (3, 5, 13), respectiv, a presiunii (6), și controlere (11, 12) cuplate la un computer.

Revendicări: 3
Figuri: 3

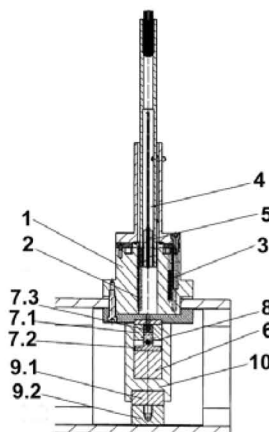


Fig. 1

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).



SEMIFABRICAT BIOCOMPOZIT ÎN STARE CRUDĂ ȘI INSTALAȚIE DE FORMARE A ACESTUIA

Invenția se referă la un semifabricat biocompozit în stare crudă și la o instalație manuală pentru formarea acestuia din amestecuri de pulberi biocompozite utilizabile pentru fabricarea de materiale biocompatibile pentru reconstrucție osoasă, de serie unicat.

Sunt cunoscute semifabricate biocompatibile în stare crudă pentru reconstrucție osoasă pe bază de materiale polimerice (**US 8598256 B2**), ceramice (**US 9180224 B2**), respectiv metalice (**US 20060285991 A1**).

Dezavantajul principal al acestor semifabricate este reprezentat de valorile ridicate ale compactității acestora în stare crudă, ceea ce poate conduce la obținerea unor semifabricate finite, în stare sinterizată, cu compactitate net superioară față de cea a țesutului osos natural, respectiv la o diferență sensibilă de proprietăți fizice dintre acesta și zona reconstruită.

Sunt cunoscute procedee de obținere a semifabricatelor biocompatibile în stare crudă prin injecție în matrită de pulberi ceramice (**TW 201519873**), respectiv metalice (**US 20060285991 A1**) și polimerice (**US 8598256 B2**) în combinație cu diferiți lianți.

Dezavantajul major al acestui procedeu constă în utilizarea de presiuni mari pentru avansul mecanic al amestecului de injecție, respectiv temperaturi ridicate care să permită înmuierea lianților în vederea operației de injecție. Din acest motiv, mașinile de injecție cu presiuni ridicate sunt scumpe și pot fi utilizate numai în producția de serie mare sau de masă.

Sunt cunoscute procedee de obținere a materialelor/produselor finite biocompatibile cu porozitate controlată pentru reconstrucție osoasă: prototiparea rapidă (**CN 100522263 C**), respectiv sinterizarea cu fascicul laser (**US 9456901 B2**), dezavantajul major al acestora constând în complexitatea și costul ridicat al echipamentelor de fabricație.

Dezavantajul comun al materialelor/procedeelelor de obținere mai sus menționate este dat de complexitatea utilajelor de formare a materialului/produsului biocompatibil, respectiv de producția de serie mare sau de masă.

Problema tehnică rezolvată de invenție constă în realizarea unei instalații manuale pentru fabricația în serie unicat de semifabricate biocompozite în stare crudă prin injecția în matrită cu joasă sau medie presiune la temperaturi reduse.



Semifabricatul biocompozit în stare crudă, conform invenției, este constituit din 35...40 vol.% pulberi de Ti6Al4V, 15...20 vol.% pulbere de hidroxiapatită, 3...7 vol.% ceară de albine, 10...15 vol.% ceară de parafină, 1...10 vol.% ceară de palmier, 1...4 vol.% acid stearic și 17...25 vol.% etilen-acetat de vinil și are o porozitate de 30...40 %, iar dimensiunea medie a porilor este de 0,8...1,4 mm.

Un semifabricat biocompozit în stare crudă, preferat, este alcătuit dintr-un amestec de pulberi biocompozite format din 38 vol.% pulberi de Ti6Al4V (100...150 μm) și 16 vol.% pulberi de hidroxiapatită (~100 μm) și un ameste de lianți format din 4,5 vol.% fulgi de ceară de albine, 13,5 vol.% granule de ceară de parafină cu granulație medie de 0,6...1 mm, 5 vol.% fulgi de ceară de palmier, 2 vol.% fulgi de acid stearic și 21 vol.% granule de etilen-acetat de vinil cu granulație medie de 0,5...0,9 mm.

Instalația manuală de formare a semifabricatului biocompozit în stare crudă, conform invenției, este formată din următoarele componente: o cameră încălzită prin intermediul unor rezistențe electrice; un subansamblu matriță de injecție și un piston superior de injecție acționat manual cu ajutorul căruia se transferă materia primă, definită ulterior, din camera de încălzire în matrița de injecție. Subansamblul matriței de injecție este proiectat modular, fiind alcătuit dintr-o matriță metalică de injecție, un piston inferior de injecție și un miez profilat interschimbabil a cărei geometrie interioară corespunde geometriei exterioare a semifabricatului biocompozit în stare crudă. Controlul temperaturii materiei prime pentru injecție se realizează cu ajutorul a două termocuple: una plasată în pistonul superior de injecție și cealaltă plasată camera de încălzire. Controlul presiunii de injecție se realizează cu ajutorul unui traductor de presiune montat în corpul matriței, sub pistonul inferior de injecție, și care este conectat la un computer.

Prin aplicarea instalației manuale de formare a semifabricatelor biocompozite crude, conform invenției, se obțin următoarele avantaje:

- Instalația poate fi folosită în producția de unicate, ceea ce corespunde cerinței pieței medicale de profil specifice reconstrucției osoase;
- Are o construcție simplă și este ușor de realizat deoarece se folosesc materiale ieftine și tehnologii de prelucrări mecanice și termice convenționale;
- Permite utilizarea de presiuni joase și medii pentru operația de injecție a materiei prime, simultan cu aplicarea de temperaturi reduse pentru înmuierea lianților;

25

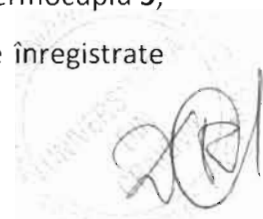
- Procedul de fabricație a semifabricatelor biocompozite în stare crudă este simplificat față de alte procedee de injecție prin eliminarea etapei de granulare/peletizare a materiei prime pentru injecție;
- Se poate fabrica o gamă variată de semifabricate biocompozite în stare crudă cu geometrii diferite, corespunzătoare defectelor osoase ce urmează a fi reconstruite.

Se dă în continuare un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1...3, ce reprezintă:

- Fig. 1, secțiune longitudinală prin unul din planurile verticale ale instalației manuale, conform invenției, reprezentând subansamblul de injecție;
- Fig. 2, reprezentare schematică a conexiunilor instalației manuale de formare cu terminalele de monitorizare a presiunii și temperaturii de injecție;
- Fig. 3, evoluția semifabricatului biocompozit din stare formată prin injecție în stare crudă prin spălare ultrasonică.

Materia primă pentru formarea prin injecție este elaborată într-un echipament de mixare în care, inițial, se introduc 25 vol.% Ti6Al4V (100...150 μm) și 10 vol.% hidroxiapatită (30...50 μm), care sunt amestecate cu ajutorul a două palete de mixare la temperatura de 240°C timp de 30 minute cu turația de 30 rot/min. În continuare se adaugă succesiv lianții, simultan cu reducerea temperaturii de mixare, după cum urmează: 13,5 vol.% etilen-acetat de vinil (0,5...0,9 mm) la 240°C cu menținere timp de 30 minute, apoi 3 vol.% fulgi de ceară de palmier la 80°C cu menținere 10 minute, 1,5 vol.% fulgi de acid stearic la temperatura de 60°C cu menținere timp de 10 minute, 3 vol.% ceară de albine (0,8...1,2 mm) la temperatura de 50°C cu menținere timp de 10 minute și 9 vol.% ceară de parafină (0,6...1,1 mm) la temperatura de 40°C cu menținere timp de 10 minute. De fiecare dată când se trece la o treaptă inferioară de temperatură viteza de răcire este de 2,5°C/min. La final se adaugă la temperatura ambiantă 35 vol.% granule de carbamidă (320...480 μm) cu menținerea omogenizării timp de 30 minute.

Materia primă astfel fabricată se introduce în instalația manuală de injecție, a cărei cameră de încălzire **1** este pre-încălzită la temperatura de 30°C prin intermediul a patru rezistențe electrice **2**, temperatura de injecție fiind monitorizată cu ajutorul termocuplului **3** montat în corpul camerei **1**. Pistonul superior de injecție **4** este prevăzut cu un termocuplu **5**, care monitorizează temperatura materiei prime pentru injecție. Temperaturile înregistrate



de termocuplele **3** și **5** sunt monitorizate de controlerele de temperatură **11** și **12** iar puterea de încălzire a rezistențelor electrice **2** este controlată cu ajutorul voltmetrului **13**.

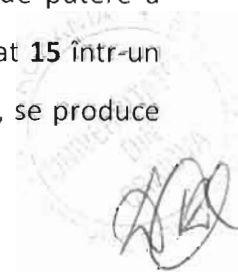
În momentul în care termocuplul **3** atinge temperatura de 45°C pistonul superior de injecție **4** este acționat manual timp de 20 secunde, cu presiunea de 10 bar monitorizată de traductorul de presiune **6** cuplat la un computer **14**, astfel încât materia primă pentru injecție este transferată din camera de încălzire **1** în subansamblul matriței de injecție format din matrița metalică de injecție **7.1**, pistonul inferior de injecție **7.2** și miezul profilat interschimabil **7.3**. La montarea subansamblului matriței de injecție bolțul **8** se poate poziționa în două orificii practicate în pistonul inferior de injecție pentru obținerea de semifabricate injectate cu înălțimi diferite. Pentru extragerea semifabricatului injectat se acționează manual subansamblul distanțor format din corpul fix **9.1** și elementul de reglare **9.2**, ceea ce permite scoaterea corpului matriței **10** în care se găsește traductorul de presiune **6** și subansamblul matriței de injecție. Miezul profilat interschimabil **7.3** se deprezează din matrița metalică de injecție **7.1** cu ajutorul pistonului inferior de injecție **7.2** din care se extrage bolțul **8**. Semifabricatul biocompozit injectat se extrage apoi prin detașarea manuală din miezul profilat **7.3**.

Semifabricatul biocompozit în stare injectată **15** se introduce într-o cuvă din inox de curățare cu ultrasunete, fără încălzire, având un generator de putere a ultrasunetelor de 35 W. La spălarea semifabricatului biocompozit într-un volum de 300 ml apă distilată, la temperatura camerei, pe durata a două ore, se produce descompunerea granulelor de carbamidă.

Semifabricatul biocompozit în stare crudă **16** astfel obținut are următoarea compoziție chimică: 38 vol.% Ti6Al4V, 16 vol.% hidroxiapatită, 4,5 vol.% ceară de albine, 13,5 vol.% ceară de parafină, 5 vol.% ceară de palmier, 2 vol.% acid stearic și 21 vol.% etilenacetat de vinil. Porozitatea intercomunicantă a semifabricatului biocompozit în stare crudă este de 35%, iar dimensiunea medie a porilor este de 1,1 mm.

REVENDICĂRI

1. Semifabricat biocompozit în stare crudă **caracterizat prin aceea că** este alcătuit dintr-un amestec de pulberi biocompozite format din 35...40 vol.% Ti6Al4V (100...150 μm) și 15...20 vol.% hidroxiapatită (~100 μm) și un amestec de lianți format din 3...7 vol.% fulgi de ceară de albine, 10...15 vol.% granule de ceară de parafină cu granulație medie de 0,6...1 mm, 1...10 vol.% fulgi de ceară de palmier, 1...4 vol.% fulgi de acid stearic și 17...25 vol.% granule de etilen-acetat de vinil cu granulație medie de 0,5...0,9 mm. Porozitatea intercomunicantă a semifabricatului biocompozit în stare crudă este de 30...40%, iar dimensiunea medie a porilor este de 0,8...1,4 mm.
2. Procedeu de obținere a semifabricatului biocompozit în stare crudă definit în revendicarea 1, **caracterizat prin aceea că** acesta constă în elaborarea materiei prime pentru formarea prin injecție într-un echipament de mixare în care, inițial, se introduc 25 vol.% pulberi de Ti6Al4V (100...150 μm) și 10 vol.% pulberi de hidroxiapatită (30...50 μm), care sunt amestecate cu ajutorul a două palete de mixare la temperatura de 240°C timp de 30 minute cu turația de 30 rot/min. În continuare se adaugă succesiv lianții, simultan cu reducerea temperaturii de mixare, după cum urmează: 13,5 vol.% granule de etilen-acetat de vinil (0,5...0,9 mm) la 240°C cu menținere timp de 30 minute, apoi 3 vol.% fulgi de ceară de palmier la 80°C cu menținere 10 minute, 1,5 vol.% fulgi de acid stearic la temperatura de 60°C cu menținere timp de 10 minute, 3 vol.% fulgi de ceară de albine (0,8...1,2 mm) la temperatura de 50°C cu menținere timp de 10 minute și 9 vol.% granule de ceară de parafină (0,6...1,1 mm) la temperatura de 40°C cu menținere timp de 10 minute. De fiecare dată când se trece la o treaptă inferioară de temperatură viteza de răcire este de 2,5°C/min. La final se adaugă la temperatura ambiantă 35 vol.% granule de carbamidă (320...480 μm) cu menținerea omogenizării timp de 30 minute. Materia primă astfel obținută se încălzește până la temperatura de 45°C când lianții se înmoaie și apoi se aplică o presiune de 10 bar cu scopul curgerii materiei prime și formării semifabricatului biocompozit **15**. În continuare semifabricatului biocompozit în stare injectată **15** se introduce într-o cuvă din inox de curățare cu ultrasunete, fără încălzire, având un generator de putere a ultrasunetelor de 35 W. Prin spălarea semifabricatului biocompozit injectat **15** într-un volum de 300 ml apă distilată, la temperatura camerei, timp de două ore, se produce



descompunerea granulelor de carbamidă, rezultând semifabricatul biocompozit în stare crudă **16**;

3. Instalație manuală pentru realizarea unui semifabricat biocompozit în stare crudă, definit conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** este compusă dintr-o cameră de încălzire **1** pre-încălzită la temperatura de 30°C prin intermediul a patru rezistențe electrice **2**, temperatura de injecție fiind monitorizată cu ajutorul termocuplului **3** montat în corpul camerei **1**. Pistonul superior de injecție **4** este prevăzut cu un termocuplu **5**, care monitorizează temperatura materiei prime pentru injecție. Temperaturile înregistrate de termocuplele **3** și **5** sunt monitorizate de controlerele de temperatură **11** și **12**, iar puterea de încălzire a rezistențelor electrice **2** este controlată cu ajutorul voltmetrului **13**. În momentul în care termocuplul **3** atinge temperatura de 45°C pistonul superior de injecție **4** este acționat manual timp de 20 secunde, cu presiunea de 10 bar monitorizată de traductorul de presiune **6** cuplat la un computer **14**, astfel încât materia primă pentru injecție este transferată din camera de încălzire **1** în subansamblul matriței de injecție format din matrița metalică de injecție **7.1**, pistonul inferior de injecție **7.2** și miezul profilat interschimabil **7.3**. La montarea subansamblului matriței de injecție bolțul **8** se poate poziționa în două orificii practicate în pistonul inferior de injecție pentru obținerea de semifabricate injectate cu înălțimi diferite. Pentru extragerea semifabricatului injectat se acționează manual subansamblul distanțor format din corpul fix **9.1** și elementul de reglare **9.2**, ceea ce permite scoaterea corpului matriței **10** în care se găsește traductorul de presiune **6** și subansamblul matriței de injecție. Miezul profilat interschimbabil **7.3** se deprezează din matrița metalică de injecție **7.1** cu ajutorul pistonului inferior de injecție **7.2** din care se extrage bolțul **8**. Semifabricatul biocompozit injectat se extrage apoi prin detașarea manuală din miezul profilat **7.3**.

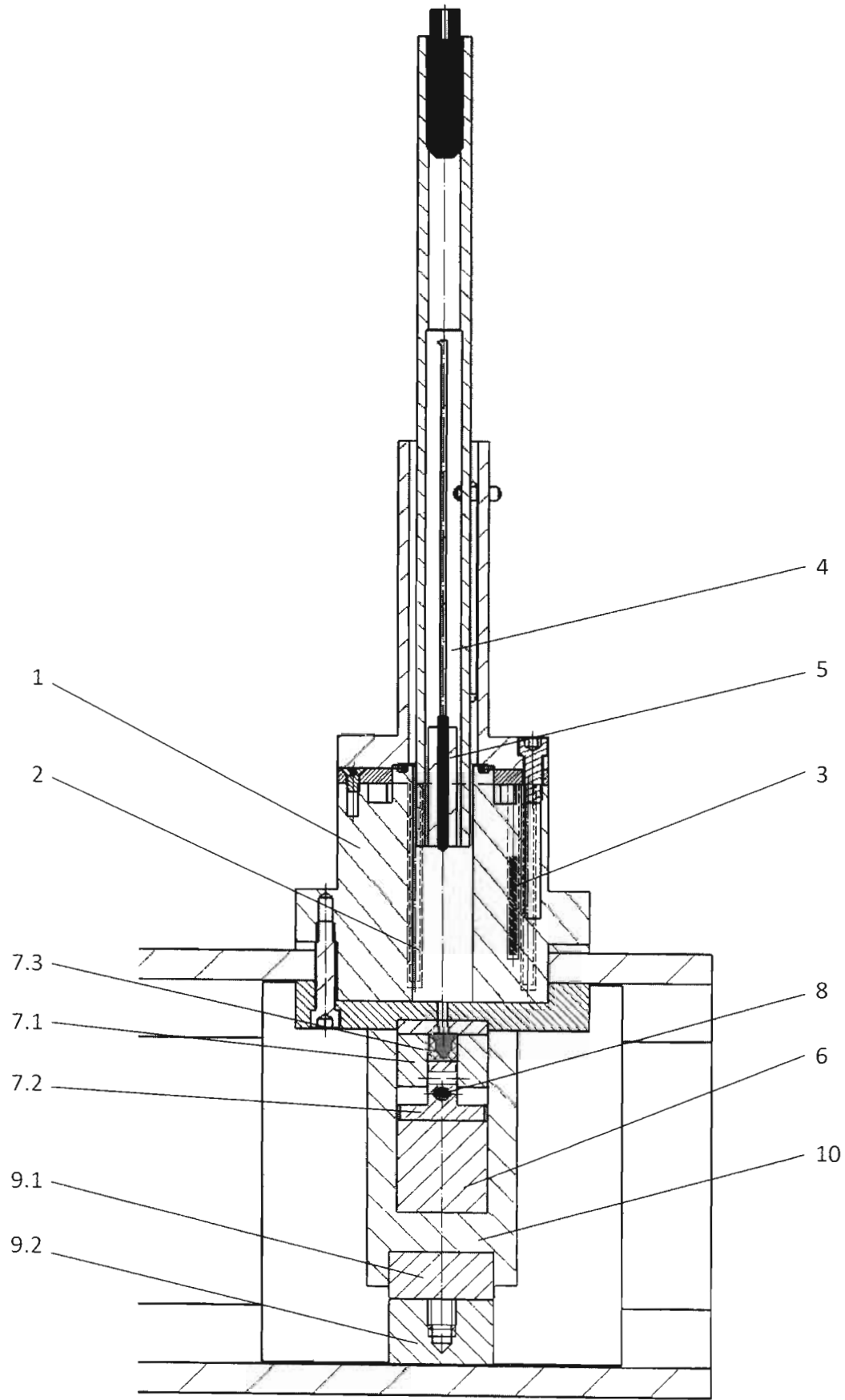


Fig. 1

Handwritten signatures and initials.

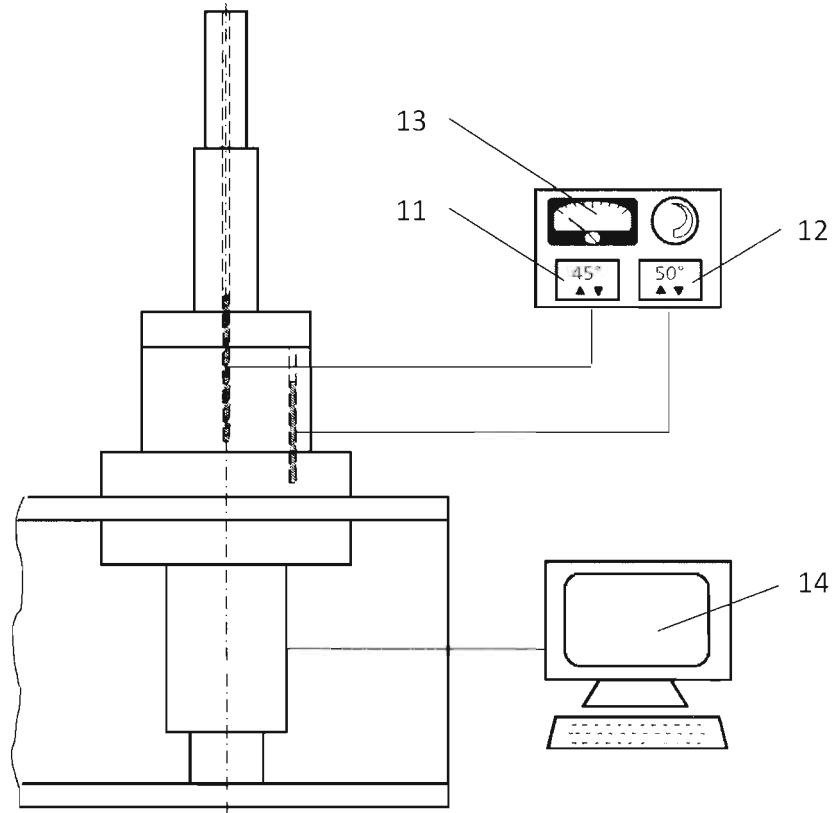


Fig. 2

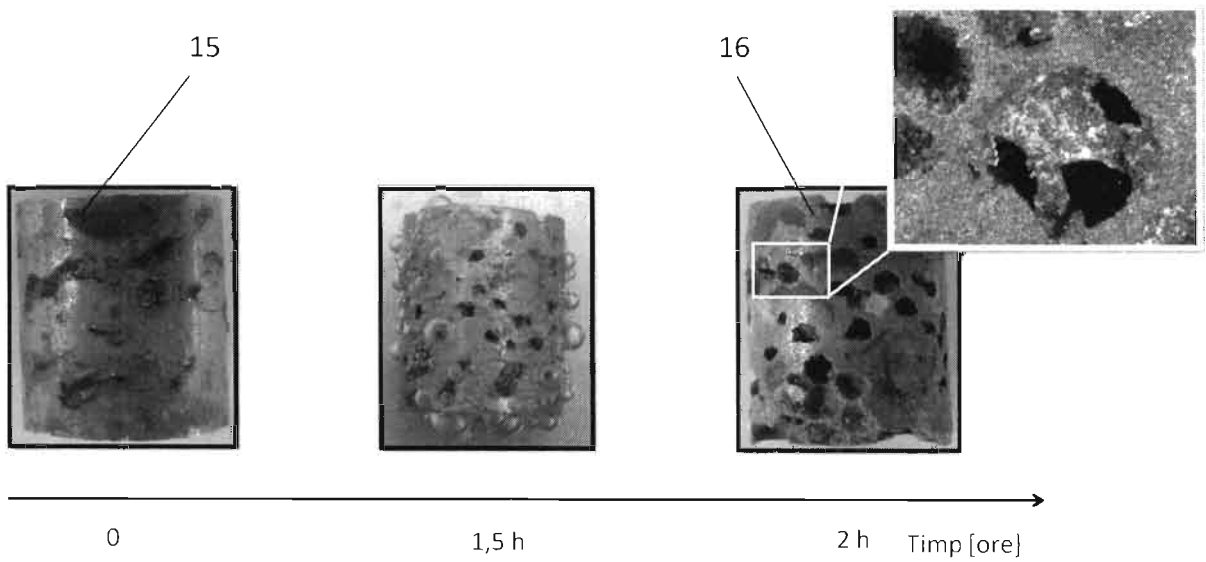


Fig. 3

Handwritten signature
Handwritten signature