

I N Ż Y N I E R I A BIOMATERIAŁÓW

ENGINEERING OF BIOMATERIALS
CZASOPISMO POLSKIEGO STOWARZYSZENIA BIOMATERIAŁÓW

Numer 20
Rok V
ISSN 1429-7248

MARZEC 2002

WYDAWCA:

Polskie
Stowarzyszenie
Biomateriałów
w Krakowie

KOMITET REDAKCYJNY:

Redaktor naczelny
Stanisław Błażewicz
Sekretarz redakcji,
Skład komputerowy
Augustyn Powroźnik
Redaktorzy
Elżbieta Godlewska
Cezary Wajler

RADA NAUKOWA:

Jan Ryszard
Dąbrowski
Politechnika Białostocka
Monika
Gierzyńska-Dolna
Politechnika
Częstochowska
Andrzej Górecki
Akademia Medyczna
Warszawa
Wojciech Maria Kuś
Akademia Medyczna
Warszawa
Jan Marciniak
Politechnika Śląska
Stanisław
Mazurkiewicz
Politechnika Krakowska
Roman Pampuch
Akademia
Górnictwo-Hutnicza
Bogna Pogorzelska-
Stronczak
Śląska Akademia
Medyczna

ADRES REDAKCJI:

Akademia
Górnictwo-Hutnicza
al. Mickiewicza 30/A-3
30-059 Kraków



SPIS TREŚCI

**BIOCOMPATIBILITY OF C-C COMPOSITES
COVERED WITH PyC AND pHEMA 3**

M. BUREŠOVÁ, K. BALÍK, V. MACHOVIČ, M. NOVOTNÁ,
V. PEŠÁKOVÁ, H. HULEJOVÁ, M. SOCHOR

**BADANIA ULTRADŹWIĘKOWE POROWATYCH
MATERIAŁÓW ZE STOPU Co-Cr-Mo 6**

JAN PIEKARCZYK, ZBIGNIEW OKSIUTA,
JAN R. DĄBROWSKI

**ZASTOSOWANIE SKOBLI W CHIRURGII
URAZOWO - ORTOPEDYCZNEJ 12**

WITOLD BOŁTUĆ, IRENEUSZ KOTELA,
ANDRZEJ BRYŁA, JAN CHŁOPEK

**ANALIZA ŚREDNIEGO STOPNIA SZAROŚCI
W PROCESIE BIODEGRADACJI
WŁÓKNIN WĘGLOWYCH 15**

EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA, JERZY NOŻYŃSKI,
DANIEL SABAT, KRZYSZTOF DĄBRÓWKA,
TADEUSZ CIEŚLIK, ZBIGNIEW SZCZUREK

**STATYSTYCZNA ANALIZA
PARAMETRÓW GEOMETRYCZNYCH
WŁÓKNIN WĘGLOWYCH UŻYTYCH
DO WYPEŁNIENI BYTKÓW TKANKI
KOSTNEJ U KRÓLIKÓW 21**

EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA, JERZY NOŻYŃSKI,
DANIEL SABAT, KRZYSZTOF DĄBRÓWKA,
TADEUSZ CIEŚLIK, ZBIGNIEW SZCZUREK

CONTENTS

**BIOCOMPATIBILITY OF C-C COMPOSITES
COVERED WITH PyC AND pHEMA 3**

M. BUREŠOVÁ, K. BALÍK, V. MACHOVIČ, M. NOVOTNÁ,
V. PEŠÁKOVÁ, H. HULEJOVÁ, M. SOCHOR

**ULTRASONIC INVESTIGATIONS OF POROUS
MATERIALS FROM Co-Cr-Mo ALLOY 6**

JAN PIEKARCZYK, ZBIGNIEW OKSIUTA,
JAN R. DĄBROWSKI

**APPLICATION OF STAPLES IN TRAUMATIC
AND ORTHOPAEDIC SURGERY 12**

WITOLD BOŁTUĆ, IRENEUSZ KOTELA,
ANDRZEJ BRYŁA, JAN CHŁOPEK

**THE MEAN GREYNESS LEVEL ANALYSIS
IN THE ASSESSMENT
OF THE BIODEGRADATION PROCESS
OF CARBON CLOTHS 15**

EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA, JERZY NOŻYŃSKI,
DANIEL SABAT, KRZYSZTOF DĄBRÓWKA,
TADEUSZ CIEŚLIK, ZBIGNIEW SZCZUREK

**STATISTICAL ANALYSIS OF GEOMETRICAL
PARAMETERS OF CARBON CLOTHS
USED FOR HARD TISSUE FILLING
IN RABBITS 21**

EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA, JERZY NOŻYŃSKI,
DANIEL SABAT, KRZYSZTOF DĄBRÓWKA,
TADEUSZ CIEŚLIK, ZBIGNIEW SZCZUREK

BIOCOMPATIBILITY OF C-C COMPOSITES COVERED WITH PyC AND pHEMA

M. BUREŠOVÁ*, K. BALÍK*, V. MACHOVIČ**, M. NOVOTNÁ**,
V. PEŠÁKOVÁ***, H. HULEJOVÁ***, M. SOCHOR****

* INSTITUTE OF ROCK STRUCTURE AND MECHANICS,
ACADEMY OF SCIENCES OF THE CZECH REPUBLIC IN PRAGUE

** INSTITUTE OF CHEMICAL TECHNOLOGY IN PRAGUE

*** RHEUMATISM INSTITUTE IN PRAGUE

**** CZECH TECHNICAL UNIVERSITY IN PRAGUE

Introduction

The application of carbon-carbon composite materials as a biomaterial is mainly limited by its cost and brittleness of the matrix. The brittleness leads very often to the formation of microparticles in the tissue, which may cause inflammations around implants. [1,2] To prevent the releasing of carbon particles, C-C composites have been covered by different layers. In our work we have studied the biocompatibility of C-C composite surface covered with pyrolytic carbon and pHEMA - poly(2-hydroxyethyl methacrylate) with biopolymer collagen, synthetic polymeric hydrogel utilized for biomedical applications. [3]

Samples preparation

The specimens were reinforced with the carbon plain wave fabric from Torayca T800H fibres with the phenolic resin Umaform LE as a matrix precursor. The specimens were three times impregnated and recarbonised in the N₂ atmosphere at 1000°C, and infiltrated and covered with pyrolytic carbon. Final carbon-carbon samples were impregnated and covered with pHEMA solution in the autoclave by changing of vacuum and pressure of 0,4 MPa at 40°C, and then dried in vacuum at 50°C for 24 hours.

Measurement methods

1. Microscopy and image analysis
2. Infrared microspectroscopy
3. Biocompatibility in vitro tests

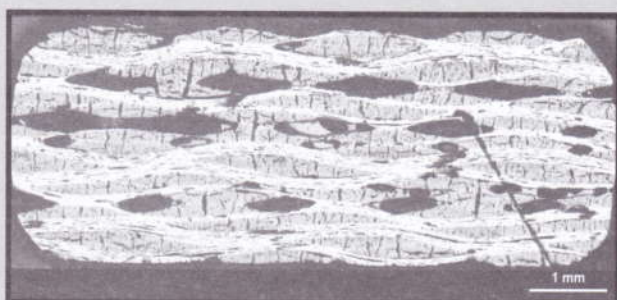


FIG. 1. Micrograph superposed from 20 image fields.

Microscopy and image analysis

For the measurement, polished sections were prepared. Sample was embedded in epoxy resin and the exposed surface first smoothed, and then polished to a scratch- and relief-free finish.

Rate of pores, open pores and pores infiltrated with pHEMA were determined by the image analysis method in the system LUCIA G version 4.60, Laboratory Imaging Ltd, Prague, Czech Republic, using the metallurgical microscope Nikon Optiphot 100S, and the colour CCD camera Hitachi HV-C20 connected with the frame grabber FlashPoint Intigue Pro.

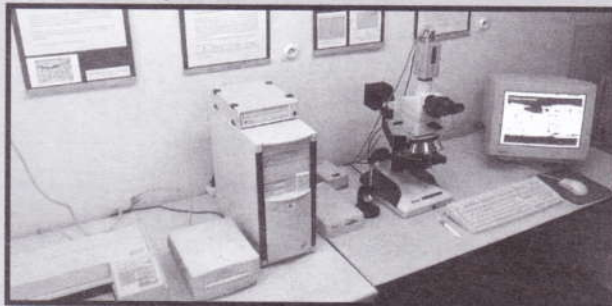


FIG. 2. Image analysis equipment.

For the maximal differentiation of composite mass and pHEMA the initiation macroprogram was prepared that adjusted the intensity of illumination by gain setting and white balance on camera and the aperture stop of the microscope. For grabbing itself the shading correction was used. The quality of micrographs significantly affects further measurement. Micrographs of the sample surface and for measurement are shown at FIGS. 3,4.



FIG. 3. Micrograph of the sample surface (magnification, 50x).

The colour images were converted into the grey scale with the further contrast enhancement and into the segmented binary image suitable for the measurement than. All pores in composite materials were measured as a first step. The field measurement was used to measure area fraction of all voids in the composite mass. Area fraction value is defined as the ratio of the segmented image area and the measured area, it has a strong stereological interpretation: in the case of isotropic uniform random sections it is equal to the volume fraction.

Pores uninfiltrated with PyC were erased than and area fraction of open voids (pores and cracks) was measured. The same step was used to erase the pores not penetrated with pHEMA; the third area fraction measurement was the last step of image analysis.

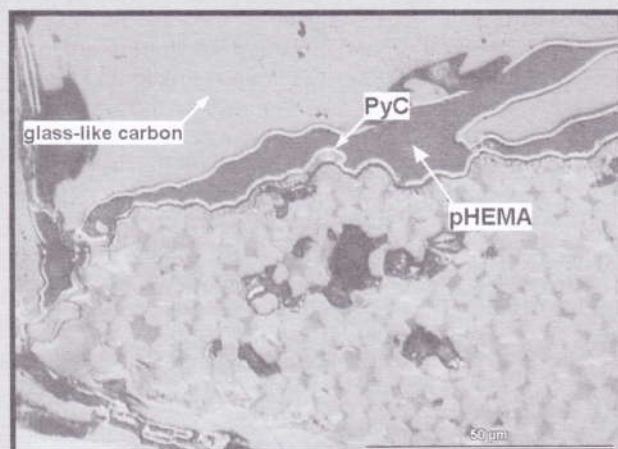


FIG. 4. Micrograph for measurement (magnification 500x).

Infrared microspectroscopy

The infrared microspectra were measured using Magna 750 spectrometer (Nicolet Instruments Co., USA) coupled with IR Plan microscope (Spectra Tech) with an MCT detector. 1024 scans at resolution 2 cm^{-1} were used. The spectra were scanned in the reflection mode from the polished sections with measuring area of $50 \times 50\text{ }\mu\text{m}$. The resulting reflectance spectrum was expressed in Kubelka-Munk units using Omnic Nicolet software. Microspectrum of the pure pHEMA polymer was measured as a film on a metal plate. The infrared spectrum of the pHEMA polymer used is shown in FIG. 5. Collagen (0.5 %) present in the sample is under the detection limit of the technique used.

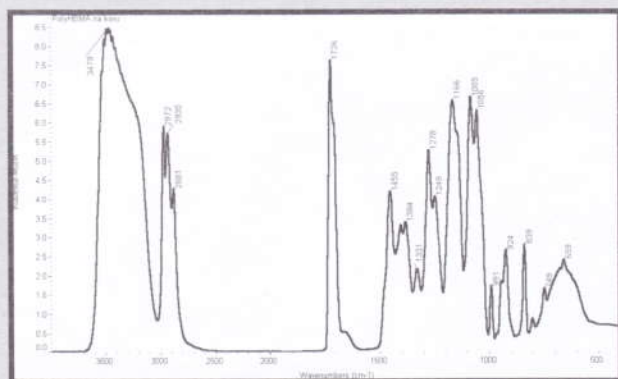


FIG. 5. The pHEMA infrared microspectrum.

In vitro test

Embryonal human lung fibroblasts were cultured on composites for three days at 37°C in 5% CO_2 atmosphere. Plastic Petri dishes for tissue culture were taken as a control surface. The metabolic activity of cultured cells, and the level of some cytokines were determined.

The effect of biomaterials followed on the production of cytokines in the culture of embryonal human lung fibroblasts was evaluated. Cytokines are low-molecular-weight peptides used by immune and inflammatory cells to communicate with each other. In this study we evaluated the expression of proinflammatory cytokines tumour necrosis factor - α (TNF- α) and interleukin - 8 (IL-8). TNF- α is a potent paracrine and endocrine mediator of inflammation. IL-8 is a cytokine, which mainly functions as a neutrophil chemoattractant and activating factor. Its expression is stimulated by TNF- α . Both cytokines are secreted by activated monocytes, macrophages and many other cells including fibroblasts.

	Volume fraction in all composite mass	Respective volume fraction between each measurement step
Voids (pores and cracks)	27,82%	27,82%
Voids infiltrated with PyC	16,28%	58,5%
Voids penetrated with pHEMA	9,28%	57%

TABLE 1. Image analysis results.

Results and discussion

Microscopy and image analysis

The volume fraction of pHEMA in inner pores of composite was detected from polished cross-sections by image analysis method. 27,8 % was volume fraction of coarse pores in sample, 58,5 % of all pores stayed open and were infiltrated with PyC, and 57% of those pores were penetrated with pHEMA.

Infrared microspectroscopy

Analysed areas of the sample are marked on micrograph in FIG.6 and their spectra are depicted in FIG.7. Following analytical bands have been selected from the spectrum:

$\sim 3400\text{ cm}^{-1}$	OH groups
$2930, 2860\text{ cm}^{-1}$	aliphatic C-H bonds
1730 cm^{-1}	C=O
1459 cm^{-1}	aliphatic C-H
$1166, 1085, 1057\text{ cm}^{-1}$	C-O
$841, 752\text{ cm}^{-1}$	aromatic C-H,

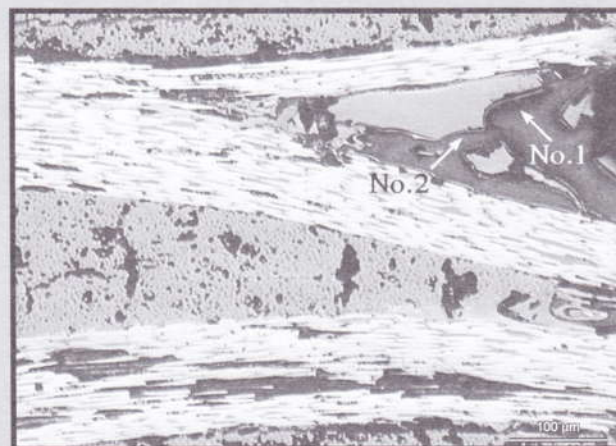


FIG. 6. Micrograph of the sample with the analysed areas marked.

which do not interfere with the absorption bands of the surrounding matrix and thus are suitable for determination in the matrix of the composite. Then, these absorption bands have been found in the spectra of the given analysed areas. Their existence confirms with a great probability of presence of the pHEMA in the polished sections of the analysed samples.

In vitro test

The cells cultured on C-C composites coated with pHEMA exhibited three times higher metabolic activity in comparison with the uncoated C-C composite.

The levels of both inflammatory cytokines on C-C com-

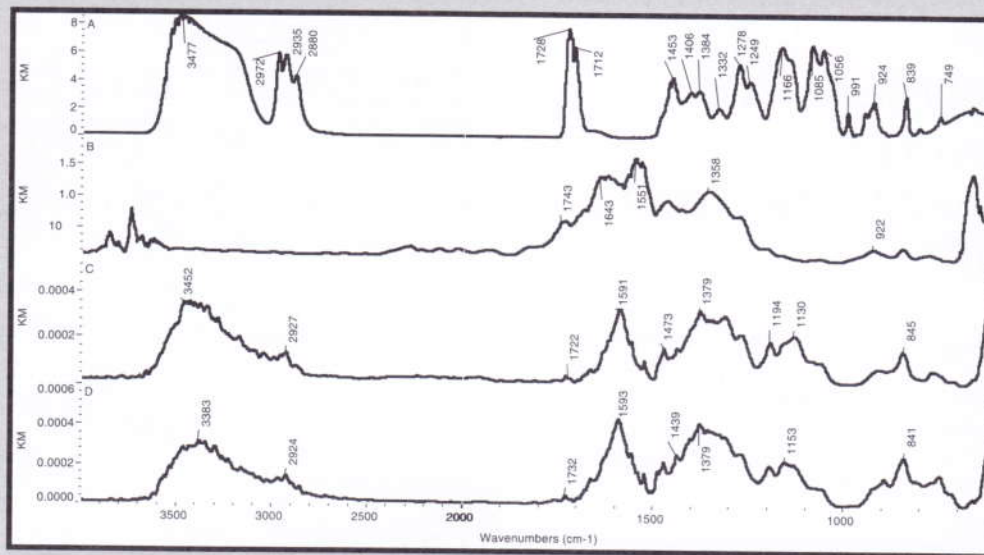


FIG. 7. Infrared microspectra of the pHEMA polymer, glass-like carbon, and analysed areas marked in FIG. 6.

A - pHEMA, B - glass-like carbon, C - analysed area No. 1, D - analysed area No. 2

posites were higher in comparison with the control surface. There was not significant difference in both inflammatory cytokine levels between the samples of C-C composite and C-C composite with pHEMA.

Sample	Cytokines	IL - 8 $\pm$ SD (pg/ml/1 cm ²)	TNF - α $\pm$ SD (pg/ml/1 cm ²)
C-C composite		594,3	0,914
C-C composite + pHEMA		587,9	1,017
Control		206,1	0,303

TABLE 2. Cytokines concentration on 1 cm² of cultivation medium.

Conclusion

The presence of pHEMA on a surface and inside the pores of studied C-C composite was confirmed with the used methods.

In vitro tests proved three times higher metabolic activity of cells cultured on C-C composite with pHEMA in comparison with the control surface. There was not significant difference in inflammatory cytokine levels between the samples of C-C composite and C-C composite with pHEMA.

Acknowledgements

This study was supported by the Grant Agency of the Czech Republic under the project No. 106/00/1407.

References

- [1] Savage, G.: Carbon - Carbon Composites, Chapman & Hall, 1993
- [2] Burešová, M., Balík, K.: Study of the surface properties of C-C composites as biomaterials, Engineering of Biomaterials, 12, (2000), 28-30
- [3] Tan, J. M.: An overview of pHEMA Properties, Applications, and Future progress, Biomaterials 4/24/2000

BADANIA ULTRADŹWIĘKOWE POROWATYCH MATERIAŁÓW ZE STOPU Co-Cr-Mo

JAN PIEKARCZYK*, ZBIGNIEW OKSIUTA**, JAN R. DĄBROWSKI**

*WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I CERAMIKI,
AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA, KRAKÓW

**WYDZIAŁ MECHANICZNY,
POLITECHNIKA BIAŁOSTOCKA, BIAŁYSTOK

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań stałych sprężystości oraz właściwości wytrzymałości na ściskanie stopu Co-Cr-Mo otrzymanego metodą metalurgii proszków, po kolejnych etapach procesu technologicznego. Z uzyskanych danych wynika, że wraz ze zmianą etapów procesu technologicznego rośnie prędkość rozchodzenia się fal, a wraz z nią obliczone wartości modułów. Materiał o $9 \div 14\%$ porowatości posiada niższe o około $25 \div 35\%$, w porównaniu z litym stopem, wartości stałych sprężystości E i G.

Słowa kluczowe: metalurgia proszków, badania ultradźwiękowe, stała sprężystości.

Wprowadzenie

Nieniszczące badania metodą ultradźwiękową są obecnie jedną z ważnych technik stosowanych do wyznaczania stałych sprężystości, takich jak: moduł Younga E, Kirchhoffa G, liczba Poissona μ , jak również i innych cech materiałowych. Metoda ta służy również do szybkiej kontroli zmian właściwości materiałów otrzymanych w różnych etapach procesu technologicznego. Najczęściej jednak, jest ona skutecznym narzędziem do wykrywania i lokalizacji defektów struktury, typu wady odlewnicze, pęknięcia, wtrącenia obce. Ponadto, zastosowanie nieniszczących badań ultradźwiękowych nabiera szczególnego znaczenia w przypadku oceny właściwości drogich materiałów, do których zaliczyć można również stopy implantacyjne Co-Cr-Mo - typu Vitalium [1]. Stopy te dzięki swym odpowiednim właściwościom trybologicznym, korozyjnym oraz wysokiej biotolerancji znalazły zastosowanie między innymi w chirurgii kostnej na tzw. długookresowe implanty biomechaniczne. Materiał ten pomimo swych licznych zalet posiada również wady związane z metodą jego otrzymywania [2]. Zastosowanie w procesie odlewania stopu metalurgii próżniowej, ma przede wszystkim na celu zachowanie wysokiej czystości składu chemicznego oraz zmniejszenie ilości wad odlewniczych (rzadzin, jam usadowych, pęcherzy gazowych). W efekcie jednak powoduje to tworzenie niekorzystnej, grubokrystalicznej, dendrytycznej struktury [3-7] wraz z wydzieleniami węglików, rozmieszczonych głównie po granicach ziarn jak i w przestrzeniach międzydendrytycznych. Kierunkowy charakter narastania dendrytów sprzyja powstawaniu warstwowego rozkładu węglików oraz powoduje silną niejednorodność składu chemicznego stopu. Taka struktura odlewanych materiałów wpływa na obniżenie plastyczności, uduchotwienia, odporność zmęczeniową jak i odporności korozyjnej.

Jedną z proponowanych metod pozwalających na wyeliminowanie wad odlewniczych stopów typu Vitalium jest

ULTRASONIC INVESTIGATIONS OF POROUS MATERIALS FROM Co-Cr-Mo ALLOY

JAN PIEKARCZYK*, ZBIGNIEW OKSIUTA**, JAN R. DĄBROWSKI**

*FACULTY OF MATERIALS SCIENCE AND CERAMICS,
UNIVERSITY OF MINING AND METALLURGY, CRACOW

**FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING,
TECHNICAL UNIVERSITY, BIALYSTOK

Abstract

The results of ultrasonic investigation and mechanical properties of porous Co-Cr-Mo alloy after stages of PM process are presented. It has been shown that together with the changes of stages of porous materials process the ultrasonic wave propagation increase and calculated values of elasticity modules increase also. It was found, that the materials with porosity of $9 \div 14\%$ showed lower elastic constants, E and G, in comparison to cast cobalt alloy.

Key words: powder metallurgy, ultrasonic testing, elastic modulus.

Introduction

Non destructive ultrasonic method as one of the important practical technique used for modulus determination and the other material features is presented. This method also serves fast inspection of changes of material properties received in different stages of technological process. Therefore, it is efficient tool to detect and to localise the structure defects, e.g.: casting defects, cracks, non-metallic inclusion, contamination. Furthermore use of the ultrasonic method gathers special meanings in cases of estimation of expensive materials, including Co-Cr-Mo alloy Vitalium type. Those alloys, according to their appropriate tribological, corrosion and biofunctional properties have found application as a surgery material for long term implants. Besides of many advantages of those alloys, they have also disadvantages connected with the method of their obtaining [2]. Usage during the casting process vacuum method allows to obtain high purity of chemical composition and decreases number of casting defects. On the other hand this vacuum casting method creates also unprofitable coarse-grained dendrite structure [3-7] and carbides precipitation placed mostly along grain boundaries. Directional character of dendrites causes laminar carbides distribution and strong heterogeneity (inhomogeneity) of chemical alloy composition. Such typical structure of Co-Cr-Mo alloys has an effect on decrease (reduction) of plasticity, impact strenght, fatigue resistance, and corrosion resistance.

One of the methods permitting to eliminate the casting defects is powder metallurgy (PM). Thanks to use small parts of the particle powders this method creates possibilities to obtain fine-grained structures of alloy. The porosity existing in such materials can be used to improve their biofunctionality features e.g. modification of surface area, which can make easy fastening implant to bones, and on the other side profitable reduces the resistance of

metalurgia proszków. Metoda ta, dzięki zastosowaniu drobnych cząstek proszku stwarza możliwości otrzymania drobnoziarnistej struktury stopu. Porowatość takich materiałów, może być wykorzystana do poprawy ich cech biofunkcjonalności, m.in. poprzez modyfikację powierzchni, która z jednej strony może ułatwić mocowanie implantu do kości, a z drugiej korzystnie zmniejszyć opory ruchu podczas kontaktu par trących.

W niniejszej pracy przedstawiono wyniki badań ultradźwiękowych porowatego stopu Co-Cr-Mo otrzymanego metodą metalurgii proszków, po kolejnych etapach procesu technologicznego: spiekaniu, doprasowaniu i obróbce cieplnej.

Materiał i metody badań

Produktem wyjściowym do badań był odlewniczy stop Co-Cr-Mo o składzie chemicznym zgodnym z normą ISO 58342-4(E) [8], który po rozpyleniu wodą i odsianiu frakcji 20÷200 mm, został poddany procesom konsolidacji.

Pierwszym etapem procesu otrzymywania takich materiałów było prasowanie jednostronne proszku (bez dodatku środka poślizgowego), przy naciskach 600 MPa. W ten sposób otrzymano walcowe próbki o wymiarach $\phi = 20 \times 15$ mm. Wypraski spiekano następnie w temperaturze 1150°C przez okres 1 godz. w atmosferze suchego argonu. Chłodzenie próbek odbywało się wolno wraz z piecem. Następnie materiał poddano doprasowaniu obwiedniowemu na prasie z wahającą matrycą typu PXW 100A (prasa Marciniaka) stosując naciski 600÷1000 MPa oraz różną liczbę cykli matrycy górnej $i = 7 \div 22$. Końcowym etapem procesu technologicznego była obróbka cieplna doprasek, przeprowadzona w temperaturze 950÷1250°C przez okres 1÷2 godz., w atmosferze suchego argonu, z chłodzeniem w zimnej strefie pieca (chłodnicy) z prędkością 40°/min. Szczegółowy opis tych zabiegów przedstawiono w pracy [9].

W badaniach ultradźwiękowych posłużono się Ultradźwiękowym Zestawem Pomiarowym UZP (INCO VERITAS), wykorzystując metodę przepuszczania fal. Zastosowano przetworniki normalne fal podłużnych V_L o częstotliwości $f = 10$ MHz i poprzecznych V_T o $f = 2$ MHz. Zmierzono prędkość rozchodzenia się fali podłużnej i poprzecznej w kierunku osiowym i promieniowym na próbkach o wymiarach $\phi 20 \times 10$ mm, otrzymanych w kolejnych etapach procesu technologicznego. W celach porównawczych zbadano również prędkość rozchodzenia się fal ultradźwiękowych w litym stopie Co-Cr-Mo. Z wyznaczonych prędkości określono anizotropię badanych próbek oraz obliczono stałe materiałowe E , G , μ .

Do obliczeń modułów sprężystości, współczynnika Poissona oraz anizotropii zastosowano następujące zależności [10]:

$$E = \rho \times V_L^2 \times (1+\mu) \times (1-2\mu) / (1-\mu),$$

$$G = V_T^2 \times \rho,$$

gdzie:

- ρ - gęstość próbki, wyznaczona przez pomiar masy i objętości [kg/m³];
- V_L - prędkość rozchodzenia się fali podłużnej [m/s²];
- V_T - prędkość rozchodzenia się fali poprzecznej [m/s²];
- μ - współczynnik Poissona,
- E i G - odpowiednio moduł Younga i Kirchhoffa [GPa].

Współczynnik Poissona dla stopu Co-Cr-Mo obliczono z zależności:

$$\mu = (a - 2) / 2(a - 1), \text{ gdzie: } a = (V_L / V_T)^2,$$

natomiast anizotropię rozchodzenia się fal w kierunku osiowym i promieniowym na podstawie wzoru:

movement during the contact of frictional couple.

The article presents an analysis of ultrasonic research results of the porous Co-Cr-Mo alloy (VITALIUM type) received by means of powder metallurgy method in each stage of the technological process, namely: sintering, rotary cold repressing and heat treatment.

Material and experimental procedure

The water atomization powder with particle size of 20-200 mm used for this work was produced from Vitalium bar stock with chemical composition according to ISO 58342-4 (E) specification [6] which was subjected to consolidation process.

Uniaxial cold compaction (without any lubricant addition) at the pressure of 600 MPa was the first stage of the process. In such a way the specimens having size of $\phi = 20 \times 15$ mm were prepared. The cylindrical samples were sintered in dry argon atmosphere at a temperature of 1150°C for 1 hour, cooled naturally inside the furnace at room temperature.

The next stage was rotary cold repressing on a PXW 100A press at a range of pressure of 600÷1000 MPa, using the number of rotation upper die of $i = 7 \div 22$ and spring tool movement with angle of $\gamma = 2^\circ$.

The last stage of technological process was heat treatment at a temperature of 950° ÷ 1250°C for 1÷2 h, in an argon atmosphere followed by cooling in the cold zone of furnace at the speed of 40°/min [9].

Ultrasonic investigation was carried out on the ultrasonic tester UZP-1 type (INCO VERITAS) using the transmission method. The velocities of longitudinal V_L ($f=10$ MHz) wave propagation and transverse V_T ($f=2$ MHz) wave propagation were determined. The test was carried out on cylindrical samples with a diameter of $\phi 20 \times 10$ mm. To compare wave velocities obtained for porous material ultrasonic tests were also conducted on the specimens prepared with cast Co-Cr-Mo alloy. The elasticity constants E , G and anisotropy A of porous material were calculated from the following equations described in literature [10]:

$$E = \rho \times V_L^2 \times (1+\mu) \times (1-2\mu) / (1-\mu),$$

$$G = V_T^2 \times \rho,$$

where:

- ρ - density [kg/m³];
- V_L - longitudinal wave propagation [m/s²];
- V_T - transverse wave propagation [m/s²];
- μ - Poisson's ratio,
- E i G - Young's and shear modules [GPa].

Poisson's ratio and anisotropy calculated from :

$$\mu = (a - 2) / 2(a - 1), \text{ where: } a = (V_L / V_T)^2,$$

$$A = (V_p - V_o) / V_p,$$

- A - anisotropy of wave velocity [%],
- V_p - wave velocity in horizontal direction [m/s²];
- V_o - wave velocity in vertical direction [m/s²].

The compression strength of porous and cast materials on an Instron 8502 Plus machine, using static type extensometer was also determined. The investigation was carried out on samples having the size of $\phi 7 \times 10,5$ mm, after all stages of process.

$$A = 100 \cdot (V_p - V_o) / V_p$$

gdzie:

A - anizotropia prędkości rozchodzenia się fal [%],

V_p - prędkość fali podłużnej w kierunku promieniowym [m/s²];

V_o - prędkość fali podłużnej w kierunku osiowym [m/s²].

W celu porównania właściwości mechanicznych otrzymanych materiałów przeprowadzono badania wytrzymałości na ściskanie. Testy te, wykonane przy użyciu maszyny wytrzymałościowej Instron 8502 Plus, zapatrzonej w ekstensometr typu 2620-6D1, o zakresie pomiarowym $\pm 5,0$ mm i dokładności wskazania 0,0005 mm. Podczas wykonywania próby wytrzymałościowej zastosowano stałą prędkość obciążenia wynoszącą 0,5 mm/min. Badania przeprowadzono na 5 próbkach walcowych o wymiarach $\phi 7 \times 10,5$ mm, po każdym z etapów procesu technologicznego. Ponadto przeprowadzono badania właściwości wytrzymałości na ściskanie na próbkach otrzymanych z litego stopu Co-Cr-Mo. W wyniku próby wytrzymałościowej wyznaczono następujące parametry: doraźną wytrzymałość na ściskanie R_C , umowną granicę plastyczności $Re_{0,2}$ oraz skrócenie względne ϵ [%].

Wyniki badań

Wpływ obróbki cieplnej na właściwości mechaniczne próbek

W TABELI 1 przedstawiono wyniki badań ultradźwiękowych próbek po spiekaniu (1150°C, 1 godz.), doprasowaniu obwiedniowym ($i=12$, $p=600$ MPa) i obróbce cieplnej (O.C.) w trzech różnych temperaturach 950°C, 1150°C, 1250°C w czasie 1 godz.

Z przedstawionych danych wynika, że wraz ze zmianą etapów procesu technologicznego rośnie prędkość rozchodzenia się fal w badanych materiałach, a wraz z nią obliczone wartości modułów sprężystości. Dla próbek otrzymanych w wyniku jednostronnego prasowania i spiekania ($p=600$ MPa, $t=1150^\circ\text{C}$, $\tau=1$ godz.) stwierdzono około 9,0% anizotropię, która po doprasowaniu obwiedniowym wzrasta prawie dwukrotnie ($A=17,7\%$). Większa prędkość rozchodzenia się fali ultradźwiękowej w kierunku promieniowym świadczy o uprzywilejowanej orientacji ziarn stopu Co-Cr-Mo oraz wydłużeniu porów, skierowanych dłuższymi wymiarami w kierunku promieniowym próbek (prostopadle do przyłożonej siły nacisku podczas doprasowania).

Analizując przyczyny powstania anizotropii można wnioskować, że podczas powtórnego zagęszczania próbek na prasie z wahającą matrycą następuje zmiana kształtu elementów struktury (ziarn, porów), w kierunku ich wydłużenia, spłaszczenia, lub też do ich zamykania - wskutek procesów niszczenia, tzw. mostków. Powoduje to w efekcie zmiany kontaktu między cząstkami proszku z metalicznego - po spiekaniu, w mechaniczny - po doprasowaniu. Przejawia się to w większym tłumieniu fal ultradźwiękowych, zależnym od kierunku przyłożonej siły podczas prasowania.

Obróbka cieplna, już w temperaturze 950°C ($\tau=1$ godz.), spowodowała zmniejszenie anizotropii, zwiększenie prędkości fal ultradźwiękowych a tym samym wzrost wartości stałych materiałowych. Wzrost prędkości rozchodzenia się fal jest najprawdopodobniej spowodowany procesami zdrowienia i rekrytalizacji metalicznej osnowy stopu. Podwyższenie temperatury obróbki cieplnej do 1150°C spowodowa-

Results and discussion

The influence of heat treatment on mechanical properties of the specimens

Results of the ultrasonic investigation of the samples after sintering (1150°C, 1 hour), rotary cold repressing ($i=12$, $p=600$ MPa) and heat treatment in three temperatures (950°C, 1150°C, 1250°C), for 1 hour in an argon, are shown in TABLE 1.

Próbka / Samples	ρ [kg/m ³]	V_L [m/s]	V_T [m/s]	A [%]	μ	E [GPa]	G [GPa]
Spiek / After sintering	870	2507,7	1650,0	9,0	0,118	35,7	16,0
Dopraska / After repressing	170	3330,2	2136,9	17,7	0,150	75,3	32,7
O.C / HT (950°C)	140	3911,1	2448,2	6,8	0,178	100,8	42,8
O.C / HT (1150°C)	160	4554,6	2756,4	4,5	0,211	131,8	54,4
O.C / HT (1240°C)	195	4950,0	2840,3	4,2	0,255	145,6	58,0

TABELA 1. Wyniki badań ultradźwiękowych otrzymanych materiałów
TABLE 1. Ultrasonic data after stages of PM process

As it indicates from this table together with the changes of stages of porous materials process, the ultrasonic wave propagation increases and resulting values of elasticity modules increase also.

It is also found that for samples obtained as a result of compaction and sintering ($p=600$ MPa, $t=1150^\circ\text{C}$, $\tau=1$ h) the determined anisotropy (A) was about 9%, whereas after rotary cold repressing this value increased almost twice ($A=17,7\%$). A higher wave velocity propagation in horizontal direction confirms a distinct orientation of the grains of Co-Cr-Mo alloy and also the pores elongation, towered their longer dimension to horizontal direction of the samples (perpendicularly to applied pressure during repressing).

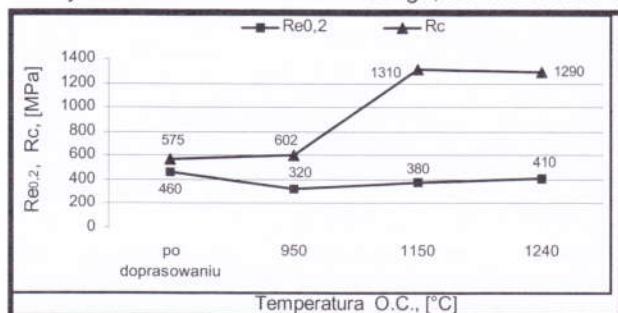
To explain the reasons of this anisotropy one can assume that during the samples repressing by rotary pressing, the shape of microstructure elements is changing (grains, pores) to form elongated and flattened shape, or into their closing, as the consequence of destruction processes, so-called "bridges". As a result of these transformations, contact between the small particles of powder changed form metallic - after sintering, to mechanical - after repressing. It caused higher waves propagation depending on the loading force applied during rotary repressing.

Heat treatment at a temperature of 950°C ($\tau=1$ h), caused an anisotropy decrease, enhancement of the waves velocity and an increase the material constants. Ascertained increase of waves propagation was probably caused by recrystallization of metallic alloy matrix. An increase of the temperature of heat treatment to 1150°C brings about subsequent structures homogenisation (anisotropy decrease) and further growth of density and mechanical properties (UCS, $YS_{0,2}$, ϵ), (see FIG. 1). At highest temperature of heat treatment (1250°C) intensification of the sintering process, advantageous changes of density (shrinkage) and an increase of YS , E , G parameters were observed.

Results gathered in TABLE 1 reveal also that the material with 14% of total porosity had a considerable reduced Young's modules values (about 35%), in comparison to cast Co-Cr-Mo alloy (about 220 GPa). This is very advantageous, especially from point of biofunctionality requirements for implant materials [11]. It is very important to receive similar values of bones and alloy modules.

to dalsze ujednorodnienie struktury (zmniejszenie anizotropii), wzrost gęstości oraz parametrów wytrzymałości na ściskanie (R_c , $Re_{0,2}$, ϵ), (RYS. 1). Po zastosowaniu najwyższej temperatury obróbki cieplnej, nastąpiła intensyfikacja transportu materii w obszarach styku poszczególnych cząstek, co spowodowało korzystne zmiany gęstości (skurcz), wzrost umownej granicy plastyczności oraz wartości modułów E i G .

Z danych zamieszczonych w TABELI 1 wynika ponadto, że uzyskane wartości modułów Younga, dla materiałów o



RYS. 1. Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie porowatych próbek po doprasowaniu ($i=12$, $p=600$ MPa) i O.C. ($950 \div 1250^\circ\text{C}$).

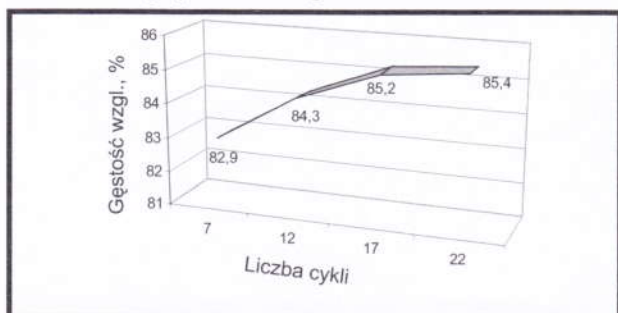
FIG. 1. Results of mechanical properties of porous samples after repressing ($i=12$, $p=600$ MPa) and heat treatment ($t=950^\circ \div 1250^\circ\text{C}$).

porowatości całkowitej około 14% (O.C., 1240°C), są mniejsze o około 35% w porównaniu do litego stopu kobaltu (E około 220 GPa). Jest to korzystne, szczególnie z uwagi na wymogi biofunkcjonalności stawiane materiałom na implanty dokostne [11]. Dąży się przy tym, aby wartości stałych sprężystości były jak najbardziej zbliżone do wartości modułów kości.

Wpływ liczby cykli i ciśnienia doprasowania na właściwości mechaniczne próbek

W TABELI 2 i na RYS. 2 przedstawiono wyniki badań ultradźwiękowych próbek otrzymanych podczas doprasowania, przy zastosowaniu zmiennej liczby cykli matrycy górnej (czasu doprasowania). Po doprasowaniu wszystkie próbki poddano obróbce cieplnej w temperaturze 1250°C , w czasie 1 godz.

Jak wynika z przedstawionych danych, liczba cykli doprasowania ma istotny wpływ na wartości stałych E i G próbek. Po 12 cyklach doprasowania następuje stabilizacja cech materiałowych badanych próbek. Materiał otrzymany po 7 i 22 cyklach doprasowania matrycy górnej, (czyli po najkrótszym i najdłuższym czasie) posiada największą anizotropię prędkości rozchodzenia się fal ultradźwiękowych. Większą prędkość fali podłużnej wyznaczono dla kierunku osiowego próbki. Dlatego też można wnioskować, że



RYS. 3. Gęstość względna próbek w zależności od liczby cykli doprasowania.

FIG. 3. Density of samples as a function of the number of repressing cycles.

The influence of repressing parameters on mechanical properties of samples

The results of ultrasonic investigations of porous Co-Cr-Mo alloy obtained after different time of repressing $3 \div 9$ s, (number of cycles $7 \div 22$) are shown in the TABLE 2 and FIG.2. After cold repressing all samples were heated at a temperature of 1250°C , for 1 hour.

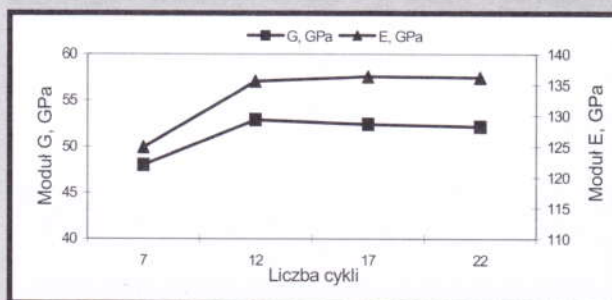
The reported values are the average of seven measurements for each material.

The results indicate that number of repressing cycles has influence on values of E and G modules. After the 12th and more number of cycles any significant changes of

Liczba cykli / Number of cycles	Prędkość fal ultradźwiękowych / Waves velocity [m/s]		E [GPa]	G [GPa]	μ	A [%]
	V_L	V_T				
7	4930,1 $\pm 151,2$	2633,8 $\pm 53,4$	124,7 $\pm 16,7$	47,9 $\pm 2,0$	0,300	5,4
12	4983,3 $\pm 43,4$	2744,5 $\pm 79,1$	135,8 $\pm 9,9$	52,9 $\pm 3,1$	0,282	1,5
17	5086,8 $\pm 57,5$	2717,0 $\pm 44,1$	136,3 $\pm 8,8$	52,4 $\pm 1,7$	0,300	1,9
22	5114,6 $\pm 162,2$	2707,9 $\pm 77,6$	136,3 $\pm 20,5$	52,2 $\pm 3,0$	0,305	-5,2

TABELA 2. Wyniki badań stałych materiałowych oraz anizotropii prędkości w zależności od liczby cykli doprasowań.

TABLE 2. Results of ultrasonic tests with respect to the number of repressing cycles.



RYS. 2. Wartości modułów sprężystości E i G w zależności od liczby cykli (czasu) doprasowania.

FIG. 2. E and G modules value as a function of the number of cycles.

elasticity modules were not observed. However, one can note that the samples manufactured after 7 and 22 cycles of repressing have the highest anisotropy of wave propagation. The higher wave velocity was obtained for vertical (axial) directions of samples. Therefore, it can be stated that favourable number of cycles is between 12 and 17. Additional confirmation of this observation is fact, that rising above 17 number of cycles did not cause any changes in density of repressed samples (FIG. 3) and their mechanical properties (FIG. 4).

The results of ultrasonic investigation in repressed material obtained by means of compaction pressuring from 600 to 1000 MPa are shown in TABLE 3.

An increase of repressing pressure resulted in the velocity waves increase and a linear character of changes of elastic properties of porous material was observed. Similar character of changes has been observed in the case of ultimate compression strength (FIG. 5). It is clearly visible, that material repressed at the highest pressure ($p=1000$ MPa), with porosity of 9%, had about 22 % lower value of Young's

Nacisk / Pressure [MPa]	Prędkość fal ultradźwiękowych / Waves velocity [m/s]		E [GPa]	G [GPa]	A [%]	Porowatość / Porosity [%]	Gęstość / Density [kg/m ³]
	V _L	V _T					
600	5180 ± 34,4	2624,6 ± 45,5	132,4 ± 6,9	49,9 ± 1,7	4,3	13,2	7240
800	5302,3 ± 49,5	2776 ± 82,1	150,0 ± 11,9	57,2 ± 3,4	5,5	11,0	7420
1000	5610 ± 38,6	2904 ± 48,4	169,1 ± 8,7	64,2 ± 2,2	6,2	8,7	7610

TABELA 3. Wyniki badań stałych materiałowych w zależności od ciśnienia doprasowania (i=12, i O.C. t=12500 C, τ=1 godz).

TABLE 3. Results of material constants depending on repressing pressures (i=12, t=1250°C, τ=1 hour).

optymalna, na obecnym etapie badań, liczba cykli doprasowania porowatych próbek mieści się w granicach 12...17 cykli. Dodatkowym potwierdzeniem tego spostrzeżenia jest fakt, że wzrost liczby cykli (powyżej 17) nie spowodował znaczących zmian w gęstości doprasowanych próbek (RYS. 3) oraz ich właściwości wytrzymałości na ściskanie (RYS. 4).

TABELA 3 przedstawia wyniki badań prędkości rozchodzenia się fal w materiale doprasowanym przy naciskach zmieniających się w zakresie 600...1000 MPa.

Wraz ze wzrostem ciśnienia doprasowania wzrasta prędkość rozchodzenia się fal ultradźwiękowych, a tym samym obserwujemy liniowy charakter zmian właściwości sprężysto-

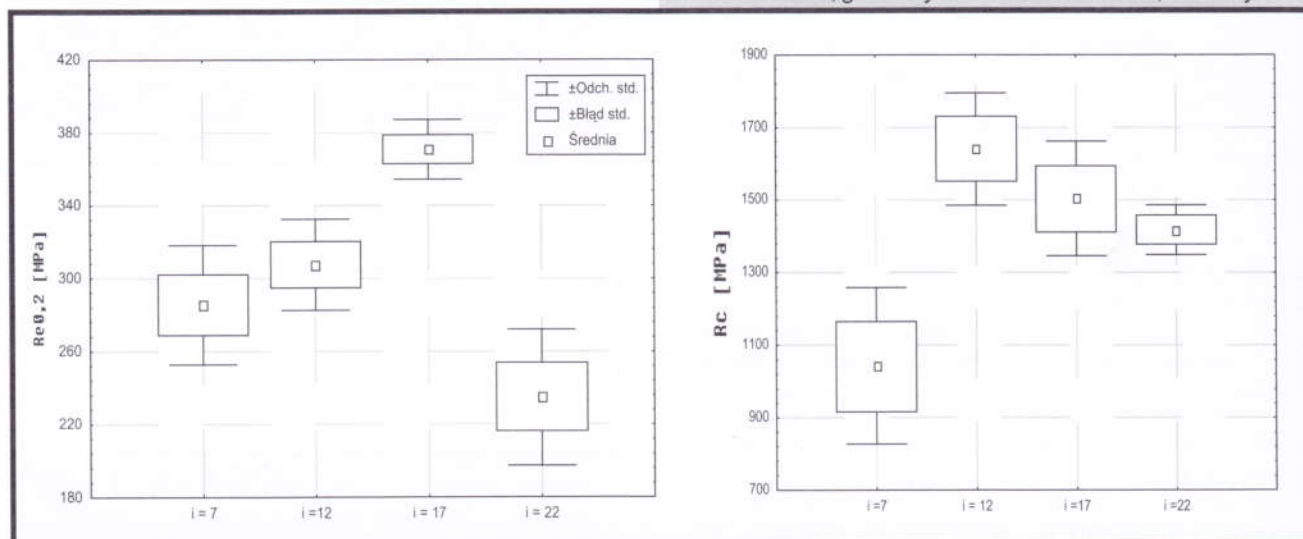
modulus in comparison to cast Co-Cr-Mo alloy.

The influence of heating time on the elasticity modules of samples

The changes of elasticity modules as a function of heating time at a temperature of 1250°C are presented in FIG. 6. The results show, that prolongation of the process time, the calculated

values of elasticity modules grow up systematically. Also density of porous samples increased from 87,1 % to 88,0 % after 1,0 and 2,0 hours of the time process. Prolongation of heating time did not cause any significant changes in mechanical properties of samples. After 2 hours of isothermal heating at a temperature of 1250°C, UCS parameter enhanced to 1650 MPa, while $YS_{0,2}$ increased to 478 MPa. In the inside structure of large particle of powder the grains growth for the time of heat treatment above 1.5 hour was observed (FIG. 7).

Studies presented in this article indicates that porous materials prepared from Co-Cr-Mo alloy in comparison with cast one, generally has lower value of YS , elasticity mod-



RYS. 4. Wytrzymałość na ściskanie próbek po doprasowaniu (i=7-22, p=600 MPa) i O.C. (t=1250°C, τ=1 godz.).
FIG. 4. Compressive strength of samples after repressing (i=7-22, p=600 MPa) and heat treatment at 1250°C, for 1 hour).

stych materiału.

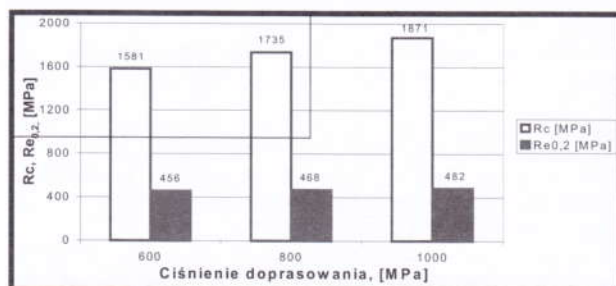
Podobny, liniowy charakter zmian uzyskano w przypadku badań wytrzymałości na ściskanie (RYS. 5). Przy tym na uwagę zasługuje fakt, że materiał doprasowany przy najwyższym ciśnieniu (p=1000 MPa), o średniej porowatości ~9 %, posiada o około 22 % mniejszą wartość modułu Younga niż lany stop Co-Cr-Mo.

Wpływ czasu wygrzewania na własności sprężyste próbek

Wartości modułów sprężystości E i G, w zależności od czasu izotermicznego wygrzewania w temperaturze 1250°C, przedstawiono na RYS.6. Z danych tych wynika, że wraz z wydłużeniem czasu procesu wygrzewania obliczone wartości stałych sprężystości wzrastają systematycznie. Przy tym gęstość porowatego stopu wzrosła z 87,1% do 87,8 % odpowiednio po 1,0 i 2,0 godzinnym czasie trwania procesu.

ules E and G. On the other hand, the ductility of porous material increased and UCS parameter is quite high as compared to cast alloy values (properties of cast alloy: UCS=1840 MPa, $YS_{0,2}$ =595 MPa, ϵ =20,1 %).

From durability point of view this kind of biomechanics system: implant - bone tissue, obtained in the case of porous material has lower stiffness which is essential in reduction of bone necrosis observed after implantation. In this aspect it seems, that time of heat treatment of 1 hour is more profitable due to less rigidity of these materials. However, the higher volume of mechanical properties, especially YS yield point, induces necessity to apply longer time of heating (2 hours), in spite of observed the grains grow.



RYS. 5. Właściwości wytrzymałościowe doprasek po zabiegach O.C. ($t=1250^{\circ}\text{C}$, $\tau=1$ godz.).

FIG. 5. Mechanical properties of repressed samples after heat treatment ($t=1250^{\circ}\text{C}$, $\tau=1$ hour.)

Stwierdzono ponadto, że zmiany właściwości wytrzymałości na ściskanie wraz z wydłużeniem czasu obróbki cieplnej uległy nieznacznej poprawie. Po dwóch godz. izotermicznego wygrzewania w temperaturze 1250°C parametr doraźnej wytrzymałości na ściskanie (R_c) wzrósł do 1650 MPa, a umowna granicy plastyczności ($Re_{0.2}$) do 478 MPa. Zaobserwowano przy tym, że wydłużenie czasu obróbki cieplnej ponad 1,5 godz. powoduje rozrost ziarn, wyraźnie obserwowany wewnątrz dużych pierwotnych cząstek proszku (RYS. 7).

Analizując przedstawione w pracy wyniki badań można wnioskować, że porowate materiały otrzymane ze stopu Co-Cr-Mo, w porównaniu z lanym stopem, generalnie charakteryzują się niższą wartością umownej granicy plastyczności oraz stałych sprężystości E i G. Natomiast wzrasta ich ciągliwość, przy zachowaniu względnie wysokiej wartości wytrzymałości na ściskanie (właściwości lanego stopu Co-Cr-Mo: $R_c=1840$ MPa, $Re_{0.2}=595$ MPa, $\epsilon=20,1\%$).

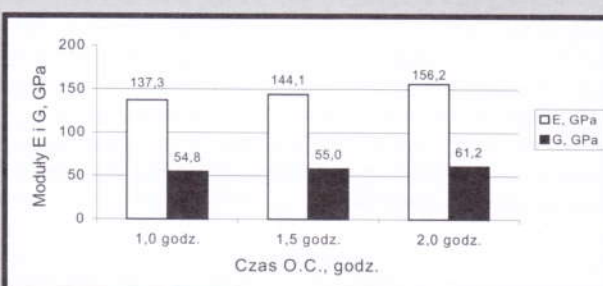
Z punktu widzenia trwałości układu biomechanicznego implant - tkanka kostna, uzyskane w przypadku porowatego materiału obniżenie sztywności, ma istotne znaczenie w redukcji martwicy kości obserwowanej po wszczepieniu implantu. W tym aspekcie wydaje się, że 1 godz. czas O.C. jest bardziej korzystny, z powodu mniejszej różnicy w sztywności tych materiałów. Natomiast uzyskane wyższe wartości właściwości wytrzymałościowych, szczególnie granica plastyczności, skłaniają do zastosowania dłuższego (2 godz.) czasu wygrzewania, pomimo iż wraz z jego wydłużeniem wzrasta wielkość ziarn.

Podsumowanie i wnioski

Wyniki badań wskazują, że zarówno doprasowanie obwiedniowe jak i obróbka cieplna w istotny sposób wpływają na właściwości badanych materiałów. W poszczególnych etapach procesu technologicznego otrzymywania porowatych spieków zmienia się prędkość rozchodzenia się fal ultradźwiękowych, a tym samym obliczone wartości stałych sprężystości. W mniejszym stopniu, na wartości modułów wpływają zmienna liczba cykli doprasowania oraz 1,0÷1,5 godzinny czas obróbki cieplnej. Wartości stałych sprężystości ulegają znacznemu podwyższeniu po zastosowaniu 2,0 godz. O.C. jak też ze wzrostem nacisków doprasowania.

Na podstawie otrzymanych wyników badań można sformułować następujące wnioski ogólne:

1. Istnieją wyraźne zależności pomiędzy zmianą elementów mikrostruktury porowatego stopu Co-Cr-Mo, a prędkością rozchodzenia się fal ultradźwiękowych.
2. Korzystne właściwości wytrzymałościowe oraz sprężyste porowatych materiałów uzyskano stosując 12...17 cykli doprasowania oraz 2 godz. czas O.C. w temperaturze 1250°C .



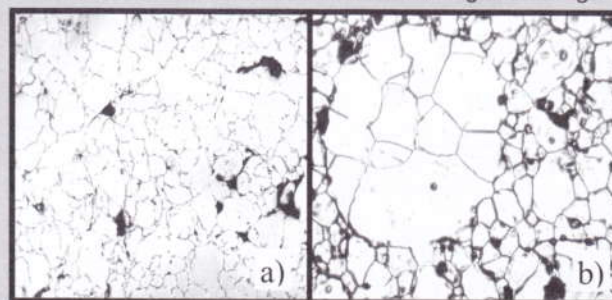
RYS. 6. Wpływ czasu izotermicznego wygrzewania doprasek ($p=600$ MPa, $i=12$, $t=1250^{\circ}\text{C}$) na wartości modułów E i G.

FIG. 6. The Influence of time of heat treatment ($p=600$ MPa, $i=12$, $t=1250^{\circ}\text{C}$) on values of elasticity modules.

Summary

Generally, the porous materials showed increasing waves propagation velocity and calculated of elasticity modules according to the stage of technological process. Variable number of repressing cycles and 1.0...1.5h time of heat treatment have not caused any significant changes in mechanical properties of obtained materials. These properties increase with increasing heat treatment time up to 2h.

On the base of received results of investigation the gen-



RYS. 7. Mikrostruktura próbek po O.C. ($t=1250^{\circ}\text{C}$), a) czas 1 godz., b) czas 2 godz., (SEM, 100x).

FIG. 7. Microstructure of samples after heat treatment $t=1250^{\circ}\text{C}$, a) time 1 hour, b) time 2 hours, (SEM, 100x).

eral conclusions can be formulated:

1. There was observed a distinct dependence between the structure and waves propagation velocity of the porous materials.
2. Advantageous mechanical properties of porous alloy were obtained for applied 12...17 rotary cycles and 2 h time of heat treatment at 1250°C .
3. The sintered material with total porosity of 9÷14 % in comparison to cast Co-Cr-Mo alloy possesses lower (25÷35%) values of elasticity modules E and G.
4. After rotary cold repressing, strong (above 17%) anisotropy of waves propagation is observed; this treatment should not be applied as a final stage of process, without finishing heat treatment.

Piśmiennictwo

References

- [1] Kramer K. H.: Implants for surgery - a survey on metallic materials. In: Materials for medical engineering, Band 2, Euromat 99, Munchen, Wiley-VCH Verlag, 1999, 9-29.
- [2] Bojar Z.: Analiza wpływu struktury na odporność korozyjną i mechanizm pękania stopów kobaltu typu Vitalium. WAT Warszawa 1992.

3. Materiał o porowatości $9 \div 14$ % posiada niższe, o około $25 \div 35$ % w porównaniu z litym stopem, wartości modułów sprężystości E i G.

4. Ze względu na silną (powyżej 10%) anizotropię rozchodzenia się fal po doprasowaniu obwiedniowym, zabieg ten nie powinien być stosowany jako ostateczny, bez wykańczającej obróbki cieplnej.

[3] Zhuang L.Z., Langer E.W.: Effects of cooling rate control during the solidification process on the microstructure and mechanical properties of cast Co-Cr-Mo alloy used for surgical implants. J. Mat. Sci., 24, (1989), 381-388, 4324-4330.

[4] Clemow A.T., Daniell B.L.: Solution treatment behaviour of Co-Cr-Mo alloy. J of Biomed. Mat. Research, 2, (1979), 265-279.

[5] Paszenda Z., Marciniak J.: The influence of base structure and carbon coating on the corrosion resistance of Co-Cr-Mo alloy. J. Mat. Proc. Techn. 78, (1998), 143-149.

[6] Bojar Z., Przetakiewicz W.: Kształtowanie mikrostruktury odlewniczego stopu kobaltu typu Vitalium przeznaczonego na wszczepy chirurgiczne. Mechanik 9, (1989), 419-422.

[7] Becker B.S., Bolton J.D., Youseff M.: Production of porous sintered Co-Cr-Mo alloys for possible surgical implants application. Part 1: Compaction, sintering behavior and properties. Powder Met., 3, (1995), 201-208.

[8] ISO 58342-4:1996(E): Implants for surgery, "Metallic materials" Part 4, Cobalt-chromium- molybdenum casting alloy

[9] Oksiuta Z., Dąbrowski J.R.: Rotary cold repressing and heat treatment of sintered materials from Co-Cr-Mo alloy. PM, przyjęte do druku

[10] Piekarczyk J., Hennicke J.W, and Pampuch R.: "On determining the elastic constants of porous zinc ferrite materials", CFI/Ber. DKG, 4, (1982), 227,232.

[11] Marciniak J.: Biomateriały w chirurgii kostnej. Wyd. Politechniki Śląskiej, Gliwice 1992.

ZASTOSOWANIE SKOBLI W CHIRURGII URAZOWO - ORTOPEDYCZNEJ

WITOLD BOŁTUĆ*, IRENEUSZ KOTELA*, ANDRZEJ BRYŁA,
JAN CHŁOPEK**

* ODDZIAŁ CHIRURGII URAZOWO-ORTOPEDYCZNY I REHABILITACJI SP
ZOZ, DĄBROWA TARNOWSKA

** WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I CERAMIKI,
AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA, KRAKÓW

Streszczenie

W pracy przedstawiono możliwości zastosowania skobli w ortopedii i chirurgii urazowej z uwzględnieniem materiałów, z których zostały wykonane.

Słowa kluczowe: chirurgia urazowo - ortopedyczna, kłamra, zastosowanie

Stabilizacja odłamów kostnych na przestrzeni lat została podzielona na zewnętrzną i wewnętrzną w zależności od tego czy stabilizator znajdował się w obrębie czy poza tkankami miękkimi. Rozwój stabilizacji wewnętrznej przypada na lata 50 i 60-te tego wieku gdy zespół AO opracował kryteria i zasady operacji. Początkowy zachwyt tą metodą operacyjną ustąpił krytycznym uwagom, które pojawiły się gdy zauważono pewne niedoskonałości tego sposobu stabilizacji. Przede wszystkim dotyczyły one przesztynienia miejsca złamania oraz zaburzenia ukrwienia odłamów. Spowodowało to rozwój innych metod osteosyntezy od zewnętrznej (Aparaty Hoffmana, Wagnera, Ilizarowa, Zespół, Polfix i wielu innych) po śródszpikową (Nicolayzen 1897, Delbet 1906, Lambotte 1907, Kuntscher 1940). Gwałtownie śródszpikowe przez zmianę kształtu, możliwość ryglowania części obwodowych a stabilizatory zewnętrzne przez pewne oddalenie od kości łączą odłamy w sposób elastyczny bez konieczności ingerencji w miejsce złamania. [2,3]

Istnieją zabiegi ortopedyczne i złamania, w których użycie wymienionych stabilizatorów jest niemożliwe lub niewskazane. Dotyczy to zwłaszcza operacji w obrębie nasad i przynasad. W ostatnim czasie znacznie wzrosło zainteresowanie

APPLICATION OF STAPLES IN TRAUMATIC AND ORTHOPAEDIC SURGERY

WITOLD BOŁTUĆ*, IRENEUSZ KOTELA*, ANDRZEJ BRYŁA*,
JAN CHŁOPEK**

* THE TRAUMATIC AND ORTHOPAEDIC SURGERY AND REHABILITATION
DEPARTMENT

HEALTH CARE CENTER, DĄBROWA TARNOWSKA

** FACULTY OF MATERIALS SCIENCE AND CERAMICS,
UNIVERSITY OF MINING AND METALLURGY IN CRACOW

Abstract

The thesis presents the possibility of using staples in traumatic and orthopaedic surgery including the materials they are made of.

Key words: traumatic and orthopaedic surgery, staples

Within the few years stabilisation of bone fragments has been divided into external and internal, depending on the position of a stabiliser - namely whether it was placed within or outside soft tissues. The development of internal stabilisations goes to the 1950-s and 1960-s of our century, when the AO team created the criteria and operation rules. At first the method evoked enthusiasm, later on, however, such a situation was replaced with some kind of criticism. In this method some faults were noticed. The drawbacks referred to the stiffness of osteosynthesis from the external till midmedulla. The midmedulla nails, thanks to the shape change, possibility of bolting the peripheral parts and the external stabilisers to due some distance from a bone join the fractured places. [2,3]

There are, however, some surgical interventions and fractures in which given above stabilisers cannot be used or shouldn't possibly be used. It concerns mainly operations within the root and the nearby area. Just recently more intense interest of using staples as alternative stabilisers has been observed. Due to the fact that they are made of different ones, and they have a variety of shapes, they are used both in orthopaedics and traumatic surgery. Presently staples are made of metal, preferably of nickel and

sowanie użyciem skobli jako alternatywnego sposobu stabilizacji. Dzięki różnym kształtom i materiałom z których powstają są stosowane zarówno w ortopedii jak również w chirurgii urazowej. Obecnie klamry wykonywane są najczęściej ze stopów różnych metali, stopów niklowo tytanowych z pamięcią kształtu oraz z biomateriałów węglowych [5,6]. Różne kąty nachylenia elementów pionowych skobli z różnego rodzaju kotwicznymi utrudniającymi wysuwanie się ich z kości podnoszą ich walory techniczne [1].

Klamry najczęściej używane są do stabilizacji nasad i przynasad kości. Okolice zbudowane są z kości gąbczastej, która ze względu na lepsze ukrwienie, dużą powierzchnię kontaktu ze szpikiem intensywniej reaguje na działanie bodźców zewnętrznych i wewnętrznych wpływających na procesy gojenia złamań niż istota zbita. Wynika to z tego, że wypustki osteocytów leżące w kanalikach kostnych znajdują się w odległości mniejszej niż 0,2 mm od naczyń włosowatych, co zapewnia im prawidłowe odżywienie. Przerwanie ciągłości tych naczyń prowadzi do szybkiego ich obumarcia w pobliżu złamania. W kości gąbczastej istnieje lepsze krążenie oboczne, co warunkuje mniejszą strefę martwicy kostnej sprzyjając jednocześnie szybszej przebudowie i gojeniu złamania [4].

W wybranych przypadkach skoble zapewniają dostateczną stabilizację odłamów, nie wymagając dodatkowego unieruchomienia zewnętrznego dzięki dużej powierzchni przylegania odłamów. [1]

W zakresie chirurgii ortopedycznej klamry stosowane są najczęściej do stabilizacji odłamów w przypadku osteotomii kości udowej i piszczelowej (RYS. 1). W większości przypadków stosowana jest osteotomia półkolista nadwładzowa piszczeli. Po zabiegu operacyjnym zakładamy opatrunek gipsowy udowy na 4 tygodnie.

Poza tym wykorzystujemy skoble w przypadkach usztywnienia stawów kolanowych, skokowych, stępu (RYS. 2). Po artrodezii również wskazane jest unieruchomienie zewnętrznym opatrunkiem gipsowym.

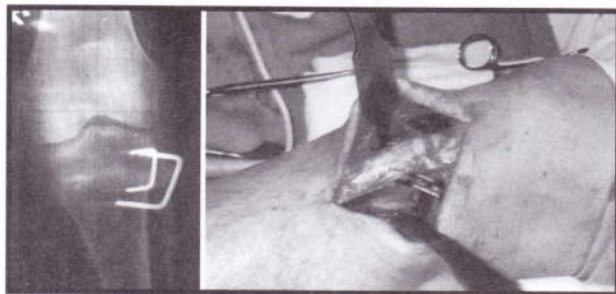
Szerokie zastosowanie znalazły również klamry w chirurgii urazowej. Złamania kłykci czy nasady dalszej kości piszczelowej, po nastawieniu odłamów z odtworzeniem powierzchni stawowej często stabilizowane są klamrami (RYS. 3).

Przytwierdzenie przedniej części torebki stawowej w zabiegu Bankarta w nawykowym zwichnięciu stawu ramennego również można wykonać używając klamer. (RYS. 4).

W złamaniach miednicy oraz panewki miednicy użycie klamer do stabilizacji odłamów uzupełnia leczenie stabilizatorami zewnętrznymi (RYS. 5) [1].

W złamaniach szyjki kości ramiennej odłamy można zespolić osteosyntezą klamrową (RYS. 6).

Omówienie



RYS. 1. Zdjęcie RTG i śródoperacyjne osteotomii kości piszczelowej (klamry metalowe i kompozytowe epoksydowo-węglowe).
FIG. 1. X-ray and the picture presenting an operation on go of the tibia osteotomy.

titan alloys with proper shapes and carbon biomaterials [5,6]. The choice of angles in staples with different types of "little anchors" attached make a bone difficult to slip out, which, on the whole, adds to the technical perfection and value of the equipment [1].

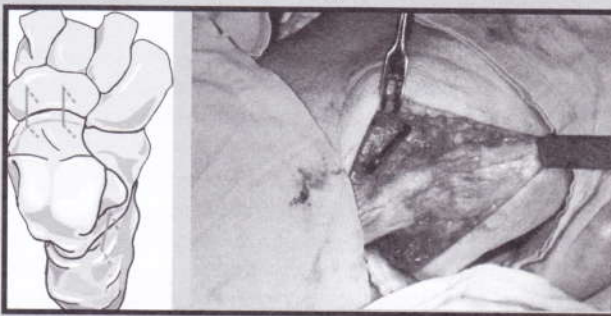
Most frequently staples are used to stabilise the root of the bones. The nearby areas are built of spongy bone, which reacts more intensively with external and internal stimuli, because of its better blood flow and its vast contact with medulla. This results from the fact that appendices of osteocytes, which are in bones, are placed at the distance less than 0,2 mm from the capillary vessels, which provides proper functioning. Breaking these vessels leads to a quick necrobiosis at the fracture area. There is a better blood circulation in the spongy bone which gives smaller sphere of bone necrobiosis, and which is more conducive to faster rebuilding, repairing and healing of the fracture [4].

In same chosen cases staples guarantee enough stabilisation of bone chips which do not require additional external bolting, thanks to a big surface of the bone fragment adherence [1].

In orthopaedic surgery staples are used most often to stabilise bone fragments in case of femoral and tibia (FIG. 1). In most cases a semicircular and ligamentous osteotomy of the bone is preferable. After an operation we put a limb into plaster for four weeks.

Apart from that we use staples to bolt a knee joint (FIG. 2). After an arthrodesis external immobilisation with plaster is advisable.

Staples have also vast usage in traumatic surgery. Fractures of knuckles and further parts of tibia bones are often stabilised just by staples (FIG. 3).



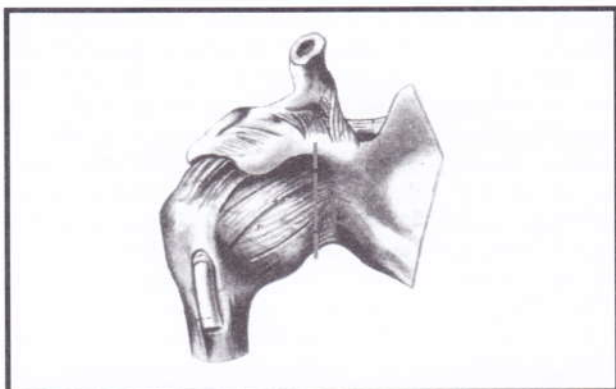
RYS. 2. Schemat i zdjęcie śródoperacyjne artrodezy stawu skokowego (klamra z kompozytu epoksydowo-węglowego).

FIG. 2. A schematic diagram of an operation of a knee joint arthrodesis.

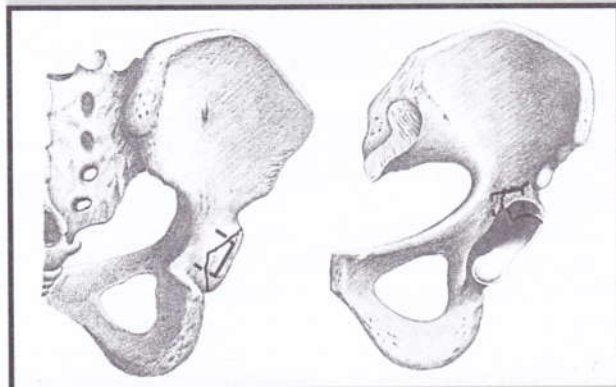


RYS. 3. Zdjęcie śródoperacyjne zespolenia kłykcia bocznego klamrą z kompozytu epoksyd - włókno węglowe.

FIG. 3. Anastomosis of a lateral knuckle.



RYS. 4. Schemat zabiegu metodą Bankarta.
FIG. 4. A schematics diagram of the Bankart method.



RYS. 5. Schemat zastosowania klamer zespolenia złamań kości miednicy.
FIG. 5. A schematics of an anastomosis of a fractured pelvis.

Użycie skobli jako materiału do stabilizacji odłamów kostnych ma wiele zalet. Wymagają niewielkich cięć operacyjnych. Nie bez znaczenia jest niewielka ilość materiału zespalającego przy dostatecznej stabilizacji odłamów. Umożliwia to wczesne uruchamianie, co ma istotne znaczenie przy zespawianiu złamań śródstawowych np: kłykci piszczeli. Nie wywołują one anemizacji tkanki kostnej, którą obserwowaliśmy przy zespoleniach płytami a odwarstwienie okostnej jest tylko na minimalnej powierzchni. Znacznie przyspiesza to procesy przebudowy i gojenia złamań. Nie obserwowaliśmy również w naszym materiale procesów infekcyjnych. Należy zaznaczyć, że w przypadku osteotomii kości piszczelowej czy zespoleniu kości ramiennej stosowaliśmy unieruchomienie opatrunkami gipsowymi na 4-6 tyg. w obawie przed wyłamaniem skobli. Wynikało to z gąbczastej budowy przynasad kości, która mogłaby ulec zgnieceniu przy nadmiernych ruchach.

Biorąc pod uwagę wszystkie wymienione zalety użycia skobli trzeba pamiętać, że należy ich używać w odpowiednio dobranych przypadkach. Na podstawie własnych obserwacji możemy stwierdzić, że skoble mają szerokie zastosowanie mimo, że często o nich zapominamy.

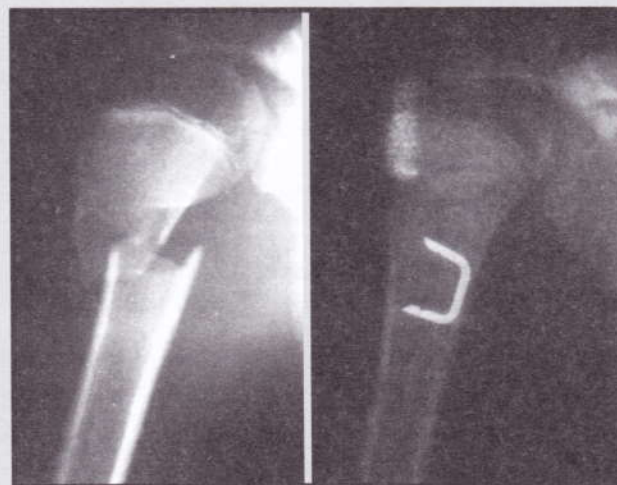
Podziękowania

Praca finansowana częściowo z działalności statutowej Wydziału Inżynierii Materiałowej i Ceramiki Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie, nr umowy 11.11.160.685.

An attachment of the frontal part of the joint capsule in Bankart method also may use staples (FIG. 4).

In cases of palvis fractures staples are good stabilisers of bone chips which helps external stabilising (FIG. 5).

In cases of neck arm fracture the bone chips can be fixed with staple osteosintesis.



RYS. 6. Złamanie kości ramiennej zespolone klamrą metalową
FIG. 6. Fracture of an arm fixed with metal staple.

Conclusions

The usage of staples as a stabiliser of bone chips has many advantages. First of all a small cut (incision) is made. Also only a small amount of material is used but stabilisation is good enough. Furthermore it gives possibility of an early movements which is important in case of joint fixation for example knuckles in that. Staples don't make anemisation of bone tissue which we might observe in fixation with plates. Which is more a detachment of periosteum takes on a small area. Such a situation speeds the proces of healing a lot. We haven't observed in our material any infection signs. It's important to remark that in osteotomy of that bone we used plesters for 4-6 weeks, to avoid breaking of staples. This was due to the fact that staples could be smashed when movements were too frequent as the area near the bone roots is spongy.

Taking into consideration all advantages and disadvantages of staples one should remember that they can be used only in some carefully chosen cases. Thanks to our observation and experience we may say that staples have vast usage, though, that people tend to forget about them quite frequently.

Acknowledgements

Work carried under project nr 11.11.160.685 (Faculty of Materials Science and Ceramics University of Mining and Metallurgy)

- [1] Ozonok W.: Implanty wykonane z metalu z pamięcią kształtu w zabiegach ortopedycznych. Kwartalnik Ortopedyczny, 1993, 3, [74-77]
 [2] Ramotowski W., Granowski., Bielawski J.: Osteosynteza metodą ZESPOL. Teoria i praktyka kliniczna. PZWL Warszawa 1988.
 [3] Ramotowski W.: POLFIX System stabilizacyjno-manipulacyjny. Wydawnictwo DIG Warszawa 1994.

- [4] Tylman D., Dziak A.: Traumatologia narządu ruchu. Wydawnictwo Lekarskie PZWL Warszawa 1996, t.1, [1-50]
 [5] Kotela I., Bołtuć W., Bryła A.: Wstępna ocena kliniczna śrub i skobli, Mat.III Symp. „Inżynieria Ortopedyczna i Protetyczna, Białystok, 2001.
 [6] Kotela I., Chłopek J.: Kompozytowe klamry węglowe w chirurgii urazowo-ortopedycznej, Inżynieria Biomateriałów, 17-19, (2001), 79.

ANALIZA ŚREDNIEGO STOPNIA SZAROŚCI W PROCESIE BIODEGRADACJI WŁÓKNIN WĘGLOWYCH

EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA*, JERZY NOŻYŃSKI**, DANIEL SABAT*, KRZYSZTOF DĄBRÓWKA*, TADEUSZ CIEŚLIK****, ZBIGNIEW SZCZUREK*

* KATEDRA I ZAKŁAD PATOMORFOLOGII
 ŚLĄSKA AKADEMIA MEDYCZNA, ZABRZE

** KATEDRA I ZAKŁAD FARMAKOLOGII,
 ŚLĄSKA AKADEMIA MEDYCZNA, ZABRZE

*** ŚLĄSKIE CENTRUM CHOROŚ SERCA, ZABRZE

**** I KLINIKA CHIRURGII SZCZĘKOWO-TWARZOWEJ,
 ŚLĄSKA AKADEMIA MEDYCZNA, ZABRZE

Streszczenie

Wprowadzenie

Badania biomateriałów obejmują trzy główne kierunki: tolerancję tkankową, biogodność i biodegradację. Celem badania była ocena biodegradacji trzech rodzajów chemicznie modyfikowanej włókniny węglowej z użyciem średniego stopnia szarości jako obiektywnego wskaźnika procesu biodegradacji.

Materiał i metodyka

Wykorzystano fragmenty tkankowe pobrane od 48 królików, którym wykonano ubytki kostne o średnicy 6 mm w bocznej powierzchni żuchwy. Ubytki wypełniano: 1. włókniną węglową z grupami kwasowymi i zasadowymi na powierzchni, 2. włókniną węglową z grupami kwasowymi na powierzchni, 3. włókniną pokrytą pirowęgłem i zawierającą grupy zasadowe na powierzchni. Tkanki pobierano w 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24 i 52 tygodniu od wszczepienia. Średni stopień szarości mierzono w preparatach histologicznych wykorzystując system analizy obrazu (QUANTIMET 500+).

Wyniki

Największe zmiany średniego stopnia szarości wykazano w przypadku włókniny z grupami kwasowymi i zasadowymi (39% wzrost średniej szarości), następnie dla włókniny pokrytej pirowęgłem (9.7% spadek średniej szarości) zaś włóknina zawierająca grupy kwasowe na powierzchni wykazywała wzrost (około 13.5% wartości początkowych). Śred-

THE MEAN GREYNESS LEVEL ANALYSIS IN THE ASSESSMENT OF THE BIODEGRADATION PROCESS OF CARBON CLOTHS

EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA*, JERZY NOŻYŃSKI**, DANIEL SABAT*, KRZYSZTOF DĄBRÓWKA*, TADEUSZ CIEŚLIK****, ZBIGNIEW SZCZUREK*

* DEPARTMENT OF PATHOLOGY,
 SILESIA MEDICAL ACADEMY, ZABRZE,

** DEPARTMENT OF PHARMACOLOGY,
 SILESIA MEDICAL ACADEMY, ZABRZE,

*** SILESIA CENTRE FOR HEART DISEASES, ZABRZE,

**** I CLINIC OF MAXILLO-FACIAL SURGERY,
 SILESIA MEDICAL ACADEMY, ZABRZE

Abstract

Introduction

Biomaterial studies comprise three main aspects: the tissue tolerance and performance (biocompliance and biocompatibility), and biodegradation. The aim of the study was the assessment of the biodegradation of three kinds of chemically modified carbon cloth using mean greyiness level as an objective factor of biodegradation process.

Materiał i Methods

In this study the tissue fragments were used, harvested from 48 rabbits after preparing the 6 mm diameter bone defects in lateral surface of the mandible. Bone defects were filled with: 1. carbon cloth with acidic and basic groups on the surface, 2. Carbon cloth with acidic groups on the surface, 3. carbon cloth coated with pyrocarbon, with basic groups on the surface. The tissue specimens were harvested at 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24 and 52 week after the carbon cloth implantation. The mean grey level was measured on the histological slides using the image analysis system (QUANTIMET 500+).

Results

The highest changes of the mean grey level presented the cloth with basic and acidic groups (39% mean grey level increase), then carbon cloth coated with pyrocarbon (9.7% mean grey level decrease) but the carbon cloth with acidic groups showed the increase (circa 13.5% of the initial value). The mean grey level showed the positive significant correlation

ni stopień szarości korelował znamienne dodatnio z czasem obserwacji.

Wnioski

1. Biodegradacja różnych rodzajów włókny węglowej wskazuje wahania średniego stopnia szarości, zależy to od chemicznej modyfikacji jej powierzchni. 2. Włókna węglowa z kwasowymi i zasadowymi grupami posiada najwyższy stopień biodegradacji.

Słowa kluczowe: biomateriały- węgiel - biodegradacja- średni stopień szarości

Wprowadzenie

Badania medyczne biomateriałów węglowych trwają od lat osiemdziesiątych. Wyprodukowane formy węgla syntetycznego na drodze pirolizy związków organicznych wprowadzono do badań doświadczalnych na zwierzętach, a następnie wykorzystano w weterynarii i medycynie.

Biomateriały węglowe wykorzystywane w medycynie obejmują stosunkowo rozległą grupę postaci strukturalnych i form węgla, przede wszystkim formy włókniste węgla w tym włókna, włókna węglowe, tkaniny węglowe i tzw. roving czyli przędzę lub plecionkę węglową [1]. Inną postacią jest forma szklista węgla, znajdująca zastosowanie w okulistyce jak i stomatologii [2, 3, 4].

Materiały węglowe znajdują zastosowanie w ortopedii do rekonstrukcji zewnątrzstawowych [5], zszycia uszkodzeń ścięgien [2, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15], wypełniania ubytków kostnych [16, 17], ubytków chrząstki stawowej [18] oraz stanowią materiał do zespołów [19, 20, 21, 22, 23]. Wykorzystywane są też do wzmacniania ścian brzucha w przypadkach nawracających przepuklin [24], oraz jako nośniki substancji biologicznie aktywnych stymulujących określone procesy w tkance kostnej, chrzęstnej czy w tkance łącznej ścięgien i więzadeł [25, 26, 27, 28].

Włókniasty biomateriał węglowy można poddać modyfikacji powierzchniowej. W przypadku karbonizacji w atmosferze argonu dochodzi do powstania tak zwanej włókny pierwszego typu, posiadającej powierzchnię o budowie charakterystycznej dla niskoskarbonizowanego węgla, otrzymanego na drodze pirolizy surowców organicznych. Na powierzchni włókien tego rodzaju włókny występują nieznaczne ilości tlenu i wodoru, które łącząc się ze szkieletem węglowym w narożach i na krawędziach form krystalicznych tworzą wiązania o charakterze -C-O-C- i -C-OH [29, 30].

Włókniną typu drugiego, jest włókna poddana po procesie karbonizacji w atmosferze argonu działaniu utleniającemu wrzącego kwasu azotowego przez okres godziny. Modyfikacja powierzchni włókien węglowych polega na powstawaniu grup karboksylowych COOH, hydroksylowych OH, karbonylowych C=O a także bezwodnikowych i laktonowych [29,30]. Warto nadmienić, że wzrostowi zawartości tlenu i zmianom struktury włókien towarzyszy znaczne zwiększenie okształcalności i blisko dziesięciokrotne zwiększenie wytrzymałości na zerwanie [29,31].

W przypadku umieszczenia włókny węglowej w atmosferze metanu i kontynuowania procesu pirolizy w atmosferze tego gazu dochodzi do powstania włókny typu trzeciego, pokrycia powierzchni włókien drobinami izotopowego węgla pirolitycznego, cechującego się biologiczną inertinością.

Badania własne wskazały na wahania średniego stopnia szarości szwu chirurgicznego wykonanego z nici węglowej podczas szesnastotygodniowego procesu biodegradacji, przy czym nić węglowa podlegała pracy mechanicznej podczas żucia [32]. Powstaje więc pytanie, czy w procesie biodegradacji włókny węglowej nie pracującej mechanicznie również będzie dochodziło do zmian gęstości optycznej włókien oraz czy modyfikacja chemiczna po-

with the time of the observation.

Conclusion

1. The biodegradation of the various kinds of the carbon cloth shows the oscillations of the mean grey level, it depends of the chemical modifications of its surfaces. 2. The carbon cloth type I with the acidic and basic surface radicals possess the highest rate of the biodegradation.

Key words: biomaterials - carbon - biodegradation - mean grey level

Introduction

Medical investigations of carbon biomaterials have been going on since the 80s. The forms of synthetic carbon produced through pyrolysis of organic compounds were introduced into the experimental studies on animals and next, were used in veterinary science and medicine.

Carbon biomaterials used in medicine consist of a relatively vast group of structural forms and shapes of carbon, mostly carbon fibrous forms including roving, carbon threads, carbon cloth [1]. Another form is a glassy carbon applied in ophthalmology and dentistry [2, 3, 4].

Carbon materials are applied in orthopedics for extra-articular reconstructions [5], suturing tendon injuries [2, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15], filling bone defects [16, 17], filling articular cartilage defects [18] and as materials for anastomosing [19, 20, 21, 22, 23]. They are also used to strengthen abdominal walls in cases of recurrent hernia [24] and as carriers of biologically active substances stimulating reparative processes in bone, cartilaginous or connective tissue of tendons and ligaments [25, 26, 27, 28].

Fibrous carbon biomaterial can be modified superficially. In a case of carbonization in the argon atmosphere, a so-called carbon cloth of the first type with the surface characteristic for the low-carbonized carbon received through pyrolysis of organic substances was produced. On the surface of the fibers of this type of carbon cloth minor amounts of oxygen and hydrogen occur; they get connected to the carbon skeleton in the corners and on the edges of crystal forms they create bindings of -C-O-C and -C-OH type [29,30].

The carbon cloth of the second type is a cloth exposed, after a carbonization process in an argon atmosphere, to the oxidizing process in a boiling nitric acid for an hour. Modification of the carbon fiber surface depends on formation of carboxyl COOH, hydroxyl OH, carbonyl C=O, and also anhydride and lacton groups [29, 30]. It should be mentioned that the increase of carbon content and changes in carbon fibers are accompanied by significant increase of durability and almost 10-time increase of breaking strength [29,31].

In case of placing carbon cloth in the atmosphere of methane and continuing a pyrolysis process in the atmosphere of this gas, carbon cloth of the type is produced and the surface gets covered with coating of isotropic pyrolytic carbon characterized by biological inertness.

Own studies showed fluctuations of the mean grey level of surgical suture made of carbon suture during the sixteen-week biodegradation process, while carbon thread was exposed to mechanical work during chewing [32]. Therefore, there is a question if during a biodegradation process of carbon cloth not working mechanically, the changes of fiber optical density will occur and whether chemical modification of the surface, namely, biological reactivity of the carbon cloth determines changes of this value.

Material i metoda

Do pomiarów morfometrycznych wykorzystano archiwalny materiał histopatologiczny materiał doświadczalny. Podczas eksperymentu 64 dojrzałym królikom, mieszańcom obu płci, o wadze od 2600 do 3200g wykonywano ubytki kostne o średnicy 6 mm i głębokości 3 mm, w bocznych powierzchniach żuchwy. Ubytki wypełniano trzema rodzajami włókniny węglowej:

1. włókniną typu I - pokrytą na powierzchni grupami o charakterze kwasowym i zasadowym, nie poddana obróbce chemicznej (grupa doświadczalna I),
2. włókniną typu II - pokrytą na powierzchni grupami karboksylowymi, laktonowymi i karbonylowymi o charakterze kwasowym (grupa doświadczalna II),
3. włókniną typu III - pokrytą na powierzchni warstwami pirowęgla o charakterze zasadowym (grupa doświadczalna III).

Zabieg wykonywano w znieczuleniu ogólnym ketaminą z zachowaniem jałowości. Ranę zaszywano warstwowo szwami z Dexonu. W okresie pooperacyjnym nie podawano zwierzętom żadnych leków. Zwierzęta poddawano eutanazji po 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24, 52 tygodniu od przeprowadzenia zabiegu. Wycinki tkanki kostnej, które utrwalano w 10% roztworze zubożonej formaliny, odwapniono elektrolitycznie w płynie Romeisa, po czym poddawano typowej obróbce histologicznej. Skrawki parafinowe o grubości 5 μ m, barwiono hematoksyliną i eozyną. Badanie morfometryczne obejmowało dostrzegalne fragmenty włókniny węglowej w postaci włókien węglowych widocznych w preparatach mikroskopowych. Średni stopień szarości oceniano wykorzystując system analizy obrazu QUANTIMET 500+ COLOR OPTION firmy LEICA. Wyniki poddano analizie statystycznej (STATISTICA '99 v.5.5) wykorzystując test Shapiro - Wilka celem oceny rozkładu wartości, oraz test Manna-Whitney. Analiza obejmowała porównanie wewnątrzgrupowe kolejnych tygodni wewnątrz grupy doświadczalnej, jak i porównanie międzygrupowe pomiędzy sobą wartości morfometrycznych tych samych punktów pomiarowych (tygodni). Korelację średniego stopnia szarości z czasem obserwacji oceniono wykorzystując test Spearmana.

Wyniki

Charakter rozkładu średniego stopnia szarości we wszystkich grupach jak również we wszystkich okresach badawczych nie wykazywał zgodności z rozkładem normalnym ($p < 0.01$, test Shapiro-Wilka). Wartości średniej arytmetycznej jak i odchylenia standardowego zestawione w tabelach posiadają charakter wyłącznie orientacyjny, istotną statystycznie wartością przeciętną jest mediana. Wyniki zestawiono w TAB. 1.

Średni stopień szarości wykazywał znamienne różnice pomiędzy 1 a 2 i 9 a 52 tygodniem w przypadku włókniny I grupy doświadczalnej. W trzeciej grupie różnice dotyczyły szerszego zakresu czasowego wykazując znamienność pomiędzy 1 a 6, 9 a 12 i 24 a 52 tygodniem, natomiast w grupie drugiej znamienne różnice obejmowały cały okres od 2 do 52 tygodnia (TAB. 2). Włóknina pokryta grupami o charakterze zarówno kwasowym jak i zasadowym wykazywała wzrost średniego stopnia szarości o 39%. Włóknina pokryta grupami kwasowymi ujawniała średniego stopnia szarości o spadek 9.7%, zaś włóknina pokryta warstwami pirowęgla o charakterze zasadowym wykazywała wzrost tej wartości o około 13,5% w stosunku do wartości

Material and method

Archival histopathological experimental material was used for morphometric measurements. During the experiment bone lesions of 6 mm diameter and 3mm deep in the lateral surfaces of mandible were performed in 64 fully grown rabbits of mixed sex and breed and weight of 2600 - 3500g. The defects were filled with three types of carbon cloth:

1. carbon cloth of type I - the surface covered with groups of acidic and basic character, without chemical treatment (study group I)
2. carbon cloth of type II - the surface covered with carboxyl, lacton and carbonyl groups of acidic character (study group II)
3. carbon cloth of type III - surface covered with the layers of pyrocarbon of basic character (study group III).

The surgery was performed in general ketamin anesthesia with sterility. The wound was sutured with Dexon. No medicines were administered to the animals in the postoperative period. The animals were subjected to euthanasia after 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24, 52 weeks after the surgery. The specimens of bone tissue fixed in 10% neutralized formalin were decalcified by electrolysis in Romeis fluid; next they were subjected to typical histological treatment. 5 μ m-paraffin sections were stained with hematoxylin and eosin. Morphometric examination included perceptible fragments of carbon textile in the form of carbon fibers visible in microscopic preparations. Mean greyness level was evaluated with the image analysis system QUANTIMET 500+ COLOR OPTION, by LEICA. The results were processed statistically (STATISTICA 99 v.5.5) using Shapiro-Wilk test to evaluate the distribution as well as Mann-Whitney's test was used for two group comparisons. The analysis included comparison of the subsequent weeks within the study group and also the comparison among groups of the morphometric values of the same measurement points (weeks). Correlation of the mean greyness level with time was evaluated with Spearman test.

Results

Character of the mean greyness level distribution in all groups and in all study periods differs from the normal distribution ($p < 0.01$, Shapiro-Wilk test). For this reason the only statistically significant average value is a median. The results are presented in TAB. 1.

Mean greyness level showed significant differences between 1 and 2, 9 and 52 weeks in case of carbon cloth of the I study group. In the third group the differences referred to the wider time range showing significance between 1 and 6, 9 and 12, 24 and 52 weeks, however in the second group the significant differences included the whole period from 2 to 52 week (TAB. 2). The carbon cloth covered with groups of both acidic and basic character showed an increase of mean greyness level of 39%. The carbon cloth covered with acidic groups showed a decrease of mean greyness level of 9.7%, while the carbon cloth covered with the pyrocarbon layers of basic character showed an increase of this value of 13.5% as compared to the initial value (1st observation period).

The comparisons among groups (TAB. 3) show that the mean greyness level distinguished group I from group III in the period from 3 to 52 week. Group II and II were also significantly distinguished by this value from 6 to 52 week. Group I was different from group II only in some time periods, in the 1, 3, 12 and 52 week.

The correlation of the mean greyness level during the observation was in all groups positive and statistically

wyjściowej (I okresu obserwacyjnego).

Porównania międzygrupowe (TAB. 3) wskazują, że średni stopień szarości różnicował grupę I od III pomiędzy 3 a 52 tygodniem. Grupa II od III wykazywała także znamienne zróżnicowanie tej wartości pomiędzy 6 a 52 tygodniem. Grupa I od II różniła się jednak tylko w niektórych punktach czasowych, 1, 3, 12 i 52 tygodniu.

Korelacja średniego stopnia szarości z czasem trwania obserwacji była we wszystkich grupach dodatnia i wysoce znamienna statystycznie (TAB. 4).

Najsilniejszą korelację wykazano w grupie doświadczalnej I, następnie kolejno w grupie III i II.

Kierunek zależności korelacyjnych wskazuje, że najwyraźniejsze zmniejszenie się gęstości optycznej czyli rozrzedzenie struktury włókien węglowych wchodzących w skład włókniny zachodzi w grupie I. Najsłabsza zależność rozrzedzenia gęstości optycznej od czasu stwierdzana jest z kolei w II grupie.

Dyskusja

Wzrost interwencji chirurgicznych w zakresie traumatologii oraz chirurgii szczękowej spowodował zainteresowanie biomateriałami węglowymi jako materiałami szewnymi, płytkami do zespołu czy materiałem wypełniającym ubytki kostne. Między innymi wykazano przydatność nici węglowych i włókniny węglowej jako produktów o wartościowych parametrach biologicznych jak i wytrzymałościowych. [6, 16, 19, 29, 33]. Proces wstawiania się implantów węglowych obejmuje pojawianie się młodej tkanki łącznej, reakcję w postaci obecności nacieków zapalnych, ostatecznie zaś biodegradację, rozpad i fragmentację włókien węglowych [34]. Omówienie wyników obserwacji własnych można przedstawić w oparciu o wyniki nielicznych prac z zakresu patologii biomateriałów jak również odwołując się do literatury światowej, w której nie znaleziono prac zbliżonych bądź przedstawiających wyniki badań morfometrycznych.

Doniesienie Dąbrówki i wsp [32] ukazujące zmienność średniego stopnia szarości w procesie biodegradacji nici węglowej w tkance podśluzówkowej może służyć porównaniu badanej wartości. Powyższe badania obejmowały jedynie jeden rodzaj nici węglowej, nie poddanej modyfikacji chemicznej czyli zawierającej zarówno grupy kwasowe jak i zasadowe na swojej powierzchni i implantowanej w okolice tkanek miękkich na okres 16 tygodni. Badaniu poddano nić pracującą w tkance biologicznej umiejscowioną na pograniczu mięśni i tkanki łącznej i pracującą pod wpływem sił rozciągających. W przypadku włókniny wypełniającej ubytek kostny wydaje się słuszniejsze natomiast wskazywanie na dominację procesów biologicznych. Porównanie średniego stopnia szarości odzwierciedlającego gęstość optyczną a więc pośrednio gęstość struktury włókniny wykazało wartości odróżniające grupę włókien od nici węglowej [32]. Wartość ta wahała się w przypadku nici od 0 do 231 zaś, mediana reprezentująca wartość przeciętną przyjmowała zakres od 35 do 167, z kolei opisana dynamika wahań to spadek w II tygodniu, wzrost aż do IV tygodnia, spadek w VI, postępujący wzrost aż do XII tygodnia i spadek w XVI tygodniu. Badanie włókien węglowych wskazywało na zdecydowanie wcześniejsze zakresy zmienności średniego stopnia szarości, przy czym dla włókniny grupy I zakres ten obejmował wartości od 5 do 57 przy wahanii mediany od 25 do 35; dla włókniny typu drugiego przedział zmienności obejmował wartości od 1.8 do 57 (mediana od 24 do 32), a w przypadku włókniny typu III zakres zmienności zawierał się pomiędzy 0.8 do 56. (mediana od 24 do 32). We wszystkich więc przypadkach włóknina nie wykonująca pracy mechanicznej wykazywała wahania gęstości w przeszło czterokrotnie mniejszym zakresie

highly significant (TAB. 4).

The strongest correlation was shown in the I study group and then consecutively in group III and II.

The direction of correlative dependence points that the most distinct decrease of optical density, namely dilution of the carbon fiber structure being a component of the carbon cloth occurs in group I. The weakest dependence of changes in optical density during the time of observation is found in group II.

Discussion

An increase of surgical interventions in traumatology and maxillary surgery caused a growing interest in carbon biomaterials as suture materials, plates for joining or for filling bone defects. The usefulness of carbon suture and carbon cloth as products of valuable biologic parameters and of high endurance were also presented [6, 16, 19, 29, 33]. The process of in-healing carbon implants included the appearance of new connective tissue, reaction in the form of inflammatory infiltrations, and finally, biodegradation, disintegration and fragmentation of carbon fibers [34]. The discussion on the observation results can be presented in relation to a few papers on pathology of biomaterials as well as referring to the world literature where similar studies or results presenting morphometric studies were not found.

Work of Dąbrówka et al. [32] showing changeability of mean grey level in the biodegradation process of carbon suture in the submucous tissue can be used for comparing a studied value. The above mentioned study used only one type of carbon suture not subjected to chemical modification, namely, consisting of acidic and basic groups on its surface and implanted in the area of soft tissue for 16 weeks. The subject of the study was a suture working in a biologic tissue located on the border of muscles and connective tissue and working under the influence of stretching power. In case of carbon cloth filling a bone defect, the domination of biologic process should be underlined. Comparison of the mean greyness level reflecting optical density, that is indirectly density of carbon cloth structure showed the values varying a group of carbon textiles from carbon suture [32]. This value fluctuated in case of suture from 0 to 231, however, median representing the average value was within the range from 35 to 167, while the described dynamics of fluctuation meant a decrease in II week, increase till IV week, progressive increase till XII week and a decrease in XVI week. The study of carbon cloth showed a definitely smaller ranges of changeability of the mean greyness level, while for the carbon cloth of group I the range consisted of values from 5 to 57 with median fluctuations from 25 to 35; for the carbon cloth of type III the range of changeability was within 0.8 and 56 (median from 24 to 32). In all cases carbon cloth not performing any mechanical work showed the density fluctuations of the four-time smaller variation range and with a smaller average value. In the above mentioned article [32] the significance of difference among groups in all observation periods was shown, while our own calculations showed significant differences of mean greyness levels between 1 and 2, 9 and 52 week for the carbon cloth of the I study group, in group II the significant differences included the period from 2 to 52 week, while in group III the differences referred to the bigger time range showing significance between 1 and 6, 9 and 12, 24 and 52 week. Group I differed from group III significantly in a mean greyness level in the period between 3 and 52 week. Group I and II showed also significant diversity in this value between 6 and 52 week. The differences occurred only in certain time periods; 1, 3, 12, and 52 week of observation.

GROUP I - GRUPA I						
Week Tydzień	Number of measurements Liczba pomiarów	Median Mediana	Minimal value Wartość najmniejsza	Maximal value Wartość największa	Lower quartile Kwartył dolny	Upper quartile Kwartył górny
1	450	25.250	14.636	53.75	22.371	28.744
2	423	27.322	7.428	57.40	22.520	34.142
3	256	27.997	5.600	51.80	24.157	34.250
6	671	26.909	5.400	52.80	23.146	32.894
9	986	26.833	7.200	56.75	23.192	31.375
12	553	28.540	5.400	56.162	24.839	32.962
24	689	30.787	5.000	55.60	25.714	37.50
52	619	35.1865	12.100	57.00	28.506	41.496
GROUP II - GRUPA II						
1	360	27.268	7.055	52.714	23.442	32.00
2	342	26.7395	1.80	57.10	23.872	30.726
3	623	25.044	4.00	50.555	22.00	28.181
6	245	28.375	3.75	52.40	24.233	34.933
9	618	26.126	10.384	52.10	23.551	30.470
12	461	30.250	1.571	57.27	24.833	35.745
24	629	31.600	5.666	56.50	26.500	39.325
52	415	24.636	4.487	56.60	21.849	28.370
GROUP III - GRUPA III						
1	310	24.907	2.833	46.555	21.96	28.608
2	483	27.578	0.80	51.80	24.188	33.00
3	466	25.3295	7.20	55.978	22.714	29.015
6	360	30.769	5.285	55.76	25.257	38.625
9	458	29.1065	7.571	51.833	25.181	36.333
12	334	31.1665	11.375	100	26.379	40.2025
24	649	33.76	9.727	54.10	26.78	42.555
52	703	28.272	8.09	50.857	24.00	35.217

TABELA 1. Statystyka opisowa średniego stopnia szarości włókien węglowych w kolejnych tygodniach obserwacji.

TABLE 1. Descriptive statistics of the mean greyness level in consecutive weeks of the observation.

Week Tydzień	MEDIAN Mediana			Compared weeks Tygodnie porównywane	Probability Prawdopodobieństwo		
	Group Grupa I	Group Grupa II	Group Grupa III		Group Grupa I	Group Grupa II	Group Grupa III
1	25.25	27.268	24.907	1 vs 2	0.0023	0.515	0.0000001
2	27.322	26.739	27.578	2 vs 3	0.21	0.000003	0.000017
3	27.997	25.044	25.329	3 vs 6	0.151	0.0000001	0.0000001
6	26.909	28.375	30.769	6 vs 9	0.65	0.00145	0.153
9	26.833	26.126	29.106	9 vs 12	0.0037	0.0000001	0.00043
12	28.54	30.25	31.166	12 vs 24	0.00004	0.002274	0.0618
24	30.777	31.60	33.76	24 vs 52	0.0000001	0.001	0.0000001
52	35.186	24.636	28.272				

TABELA 2. Porównania średniego stopnia szarości włókien węglowych w poszczególnych tygodniach obserwacji.

TABLE 2. Comparison of carbon fibre mean greyness level in subsequent weeks of the observation.

zmienności jak i wyraźnie mniejszej wartości przeciętnej. We wzmiankowanym już doniesieniu [32] wykazano również znamienność różnic międzygrupowych we wszystkich okresach obserwacyjnych, z kolei własne obliczenia wskazywały znamienne różnice średniego stopnia szarości 1 a 2 i 9 a 52 tygodniem dla włókniwy I grupy doświadczalnej, w II grupie znamienne różnice obejmowały okres od 2 do 52 tygodnia, z kolei w III grupie różnice dotyczyły szerszego zakresu czasowego wykazując znamienność pomiędzy 1 a 6, 9 a 12 i 24 a 52 tygodniem. Grupa I od III różniła się znamienne średnim stopniem szarości w okresie pomiędzy 3 a 52 tygodniem. Grupa I od II wykazywała także znamienne zróżnicowanie tej wartości pomiędzy 6 a 52 tygodniem. Różnice te występowały jednak tylko w niektórych punktach czasowych, 1, 3, 12 i 52 tygodniu obserwacji. Tym samym także i ten parametr analizy obrazu wskazuje na różnice pomiędzy procesem biodegradacji zależnym nie tylko od czasu obserwacji, jak również od modyfikacji powierzchniowej włókniwy węglowej. Analiza korelacji współczynników morfometrycznych z czasem obserwacji wykazywała zbliżony kierunek zmian do poprzednio opisywanych [32]. Także i te obliczenia wskazywały, że najwyższą dynamiką zmian cechuje się włókniwa niemodyfikowana chemicznie.

Analiza procesów patobiologicznych zachodzących podczas rozpadu biomateriałów węglowych wskazuje istotną rolę procesu zapalnego, zmienne wytwarzanie włókien tkanki łącznej [25, 26]. Wyniki prezentowane w naszym doniesieniu jak również w obserwacjach omawianych w dyskusji wskazują na zasadniczą rolę rodzaju tkanki jak również czynnika biomechanicznego w procesie biodegradacji.

Wnioski

1. Proces biodegradacji włókien węglowych wykazuje wahania obliczonej średniego stopnia szarości odmienne dla każdego rodzaju włókniwy węglowej, zależąc od chemicznej modyfikacji powierzchni.
2. Najszybciej ulega biodegradacji włókniwa węglowa nie poddana modyfikacji powierzchniowej i zawierająca na powierzchni grupy o charakterze kwasowym i zasadowym.

STATYSTYCZNA ANALIZA

Piśmiennictwo

- [1] Chłopek J.: "Kompozyty węgiel-węgiel. Otrzymywanie i zastosowanie w medycynie" Ceramika 52. Pol Biul. Ceram. No 14. 1997. Kraków
- [2] Fraunhofer J.A., L' Estange P.R., Mack A.O.: "Materials science in dental implantation and a promising new material: vitreous carbon". Bioengineering 1971;6:114
- [3] Gierkowska A., Kamińska - Olechnowicz B., Olechnowicz A.: "Keratoprotezowanie" Klin Oczna 1982;84:375-7
- [4] Schnitman P.A., Woolfson M.W., Feingold L., Gettleman H.M., Freedman H.M., Kalis P.J., Buchanan W., Schulman L.B.: "Vitreous carbon implants: a five-year study in baboons". J Prosthet Dent 1980;44:190-200

Week Tydzień	Median Mediana			Probability Prawdopodobieństwo		
	Group Grupa I	Group Grupa II	Group Grupa III	Compared groups Porównywane grupy		
				I vs II	I vs III	II vs III
1	25.25	27.268	24.907	0.0019	0.5757	0.0003
2	27.322	26.739	27.578	0.61	0.417	0.1666
3	27.997	25.044	25.329	0.0000001	0.000005	0.1345
6	26.909	28.375	30.769	0.068	0.000008	0.0347
9	26.833	26.126	29.106	0.226	0.000002	0.0000001
12	28.54	30.25	31.166	0.0145	0.0000001	0.0041
24	30.777	31.60	33.76	0.051	0.0001	0.0087
52	35.186	24.636	28.272	0.001	0.0000001	0.0000001

TABELA 3. Porównania międzygrupowe średniego stopnia szarości.

TABLE 3. Mean greyness level comparisons among analyzed groups.

Group Grupa	Number of measurements Liczba pomiarów	Spearman R R Spearmana	Probability Prawdopodobieństwo
I	4647	0.248	0.0000001
II	3691	0.074	0.00018
III	3763	0.166	1.48x 10 ⁻¹¹

TABELA 4. Korelacja średniego stopnia szarości z czasem biodegradacji

TABLE 4. Mean greyness level correlation with biodegradation time

chemical modifications had the highest dynamics of changes.

The analysis of pathobiologic processes occurring during carbon biomaterial disintegration points out the essential role of inflammatory process, variable formation of connective tissue fibers [25, 26]. The results presented in our article as well as observations presented in the discussion indicate the essential role of the tissue type as well as biomechanical factors in biodegradation process.

Conclusions

1. Biodegradation process of carbon fibers shows fluctuations of the mean greyness level different for each kind of carbon cloth depending on surface chemical modification.
2. The fastest biodegradation occurs in carbon cloth not subjected to chemical modification and with the surface covered with groups of acidic and basic character.

References

- [5] Rushton N., Dandy D.J., Naylor C.P.E.: "The clinical arthroscopic and histological findings after replacement of the anterior cruciate ligament with carbon fibre". J Bone Joint Surg 1983;65:308-9
- [6] Cronin A.J., Llewelyn J., Hopkins R.: "Complications of use of carbon fibre in the temporomandibular joint: a case report." Br J Oral Maxillofac Surg. 1992;30:186-9
- [7] Demmer P., Fowler M., Marino A.A.: "Use of carbon fibers in the reconstruction of knee ligaments. Clin Orthop Rel Res 1991;271:225-232
- [8] Forster I.W., Ralis Z.A., McKibbin B., Jenkins D.H.R.: "Biological reaction to carbon fiber implants: the formation and structure of a carbon-induced "neotendon". Clin Orthop 1978;131:299-307

- [9] Górecki A., Kuś W.M., Błażewicz S., Chłopek J., Powroźnik A., Pykało R.: "Węglowa proteza więzadła krzyżowego przedniego w badaniach doświadczalnych". *Kolano* 1991;1:87-94
- [10] Jenkins G.M., Carvalho F.X.: "Biomedical applications of carbon fibre reinforced carbon in implanted prostheses". *Carbon* 1977;15:33-37
- [11] Jenkins D.H.R., McKibbin B.: "The role of flexible carbon fibre implants as tendon and ligament substitute in clinical practice. A preliminary report." *J Bone Joint Surg* 1980;62:497-9
- [12] Kusz D., Tokarowski.: "Plastyka torebkowo-więzadłowa nawracającego zwichnięcia stawu ramienno-promieniowego z użyciem biomateriału węglowego". *Inż Materiał* 1993;5:126
- [13] Milka S., Tokarowski A., Papież M., Mrowiec A.: "Ocena wyników rekonstrukcji więzadła kruczo-obończykowego węglową protezą węglową". *Inż Materiał* 1993;5:121-2
- [14] Minns R.J., Flynn M.: "Intraarticular implant of filamentous carbon fibre in the experimental animal" *J Bioeng* 1978;2:279-286
- [15] Mrowiec A., Tokarowski A., Milka S., Papież M.: "Materiały węglowe w leczeniu przerwania ciągłości ścięgna Achillesa". *Inż Materiał* 1993;5:124-5
- [16] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Sabat D.: "Obserwacje nad wpływem włókniny węglowej na gojenie się tkanki kostnej w ubytkach pooperacyjnych wyrostków zębodołowych szczęk" III Konferencja "Biomateriały Węglowe" Ryto 1992, s.23-28
- [17] Louis J.P., Dabadie M.: "Fibrous carbon implants for the maintenance of bone volume after tooth avulsion. *Biomaterials* 1990;11:525-528
- [18] Benke G., Kuś W.M., Górecki A., Pykało R., Powroźnik A.: "Wypełnianie ubytków chrzęstnych włókniną węglową - obserwacje odległe" II Konferencja "Biomateriały Węglowe" Ryto 91 s.1-3
- [19] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B.: "Kilkuletnia ocena gojenia ubytków kości wyrostków zębodołowych w obecności włókniny węglowej" VI Konferencja "Biomateriały Węglowe i Ceramiczne", Ryto 1995, s.35-37
- [20] Guiral J., Fernandez L., Curto J.M., Basora J., Vincente P.: "Carbon and polyester fibers as a scaffold for bone repair - studies of segmentary implants in the rabbit radius". *Acta Orthop Scand* 1990;61:16-20
- [21] Kotela I.: "Wyniki operacyjnego leczenia złamanych kostek gojenia kompozytowymi materiałami węglowymi" *Inż Materiał* 1993;5:137-8

- [22] Pampuch R.: "Włókna węglowe". AGH Kraków 1986
- [23] Prakash R., Marwah S., Goel S.C., Tuli S.M.: "Carbon fibre reinforced epoxy implants for bridging large osteoperiosteal gaps". *Biomaterials* 1988;9:198-202
- [24] Minns R.J., Denton M.J., Dunstone G.H., Sunter J.P.: "An experimental study of the use of a carbon fibre patch as a hernia prosthesis material". *Biomaterials* 1982;3:199-203
- [25] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Koszowski R., Skowronek J., Sabat D., Zajęcki W.: "Odpowiedź tkankowa na wszczep z materiału złożonego z włókien węglowych i polisulfonu" VII Konferencja "Biomateriały w medycynie i weterynarii" Ryto 1996 s.21-24
- [26] Cieślak T., Szczurek Z., Pogorzelska-Stronczak B., Sabat D., Koszowski R., Zajęcki W.: "Wpływ włókniny węglowej nasyczonej hydroksyapatytem na gojenie ubytków kostnych na podstawie badań morfologicznych" VIII Konferencja "Biomateriały w medycynie i weterynarii" Zembrzyce 1997r., s.7
- [27] Goodship A.E., Wilcock S., Shah J.S.: "The development of tissue around various prosthetic implants used as replacements for ligaments and tendons. *Clin Orthop Rel Res* 1985;196:61-68
- [28] Jenkins D.H.R., Forster I.W., McKibbin B., Ralis Z.A.: "Induction of tendon and ligament formation by carbon implant". *J Bone Joint Surg* 1977;59B:53
- [29] Błażewicz M., Błażewicz S., Wajler C.: "Mechanical and implant behaviour of chemically modified carbon braids" *Ceramics Int* 1994;20:99-103
- [30] Czajkowska B., Błażewicz M.: Phagocytosis of chemically modified carbon materials. *Biomaterials* 1997;18:69-74
- [31] Błażewicz M., Paluszkiwicz Cz., Pamula E., Zamorska L., Żolnierka M., Nowak B., Menaszek E.: Wpływ struktury chemicznej budowy powierzchni włóknistych materiałów węglowych na ich zachowanie w środowisku biologicznym. *Biuletyn PAN* 1994
- [32] Dąbrowka K., Nożyński J., Zembala-Nożyńska E., Błażewicz S.: "Average greyness degree - as an objective parameter of carbon fibre biodegradation". *Inż Biomateriałów* 2001;13:3-8
- [33] Cieślak T.: "Płytki i śruby z kompozytu węgiel-węgiel do zespolenia odłamów żuchwy. Badania doświadczalne i kliniczne." Rozprawa habilitacyjna. Śl.A.M. Katowice 1993r.
- [34] Pykało R.: "Obrazy mikroskopowe i radiologiczne implantów węglowych" w: Kuś W.M. (red): "Biomateriały w Medycynie" Drukarnia Agencji Poligraficzno-Wydawniczej KARNIOWICE, 1993, s.89-91

PARAMETRÓW GEOMETRYCZNYCH WŁÓKNIN WĘGLOWYCH UŻYTYCH DO WYPEŁNIENIA UBYTKÓW TKANKI KOSTNEJ KRÓLIKÓW

EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA*, JERZY NOŻYŃSKI**, DANIEL SABAT*,
KRZYSZTOF DĄBRÓWKA*, TADEUSZ CIEŚLIK****, ZBIGNIEW SZCZUREK*

* KATEDRA I ZAKŁAD PATOMORFOLOGII,
ŚLĄSKIEJ AKADEMII MEDYCZNEJ, ZABRZE

** KATEDRA I ZAKŁAD FARMAKOLOGII,
ŚLĄSKIEJ AKADEMII MEDYCZNEJ, ZABRZE

*** ŚLĄSKIE CENTRUM CHOROŚ SERCA, ZABRZE

**** I KLINIKA CHIRURGII SZCZĘKOWO-TWARZOWEJ,
ŚLĄSKIEJ AKADEMII MEDYCZNEJ, ZABRZE

STATISTICAL ANALYSIS OF GEOMETRICAL PARAMETERS OF CARBON CLOTHS USED FOR HARD TISSUE FILLING IN RABBIT

EWA ZEMBALA - NOŻYŃSKA*, JERZY NOŻYŃSKI**, DANIEL SABAT*,
KRZYSZTOF DĄBRÓWKA*, TADEUSZ CIEŚLIK****, ZBIGNIEW SZCZUREK*

* DEPARTMENT OF PATHOLOGY,
SILESIA MEDICAL ACADEMY, ZABRZE

** DEPARTMENT OF PHARMACOLOGY,
SILESIA MEDICAL ACADEMY, ZABRZE

*** SILESIA CENTRE FOR HEART DISEASES, ZABRZE

**** I CLINIC OF MAXILLO-FACIAL SURGERY,
SILESIA MEDICAL ACADEMY, ZABRZE

Celem badania było morfometryczne porównanie zmian wartości geometrycznych włókien węglowych takich jak wymiar najkrótszy, szerokość pasma/ obliczona szerokość, współczynnik wypełnienia przyjętych za wskaźniki procesu biodegradacji włókieniny węglowej użytej jako wypełnienie doświadczalnie wykonanych kostnych ubytków żuchwy u królików. Wykorzystano 48 wycinków tkanek. Ubytki kostne o średnicy 6 mm wykonywano w podstawie żuchwy, po czym wypełniano je trzema rodzajami włókieniny węglowej:

1. włókniną węglową z grupami kwasowymi i zasadowymi na powierzchni,
2. włókniną węglową z grupami kwasowymi na powierzchni,
3. włókniną pokrytą pirowęgłem i zawierającą grupy zasadowe na powierzchni.

Parametry morfometryczne oceniano przy użyciu systemu analizy obrazu QUANTIMET 500 po czym przeprowadzono analizę statystyczną. Najwyższą dynamikę zmian parametrów morfometrycznych wykazywała włókniina typu I pokryta grupami zasadowymi wykazując spadek wymiaru najkrótszego o 70% wartości początkowej, obliczonej szerokości o 71% zaś wzrost współczynnika wypełnienia o 5,81%. Włókniina typu II wykazywała spadek wymiaru najkrótszego o 48% wartości początkowej, obliczonej szerokości włókien o 20%, i wzrost współczynnika wypełnienia o około 2,6%. Włókniina węglowa typu III wykazała spadek wymiaru najkrótszego i obliczonej szerokości o 58%, współczynnik wypełnienia wykazał wzrost o 7.3%. Należy wskazać, że pomiary dokonane w drugim tygodniu obserwacji nie ujawniały różnic pomiędzy grupami, z kolei pomiary dokonane w trzecim tygodniu obserwacji ujawniały najbardziej istotne różnice międzygrupowe.

Nasze wyniki wskazują na fakt zwiększenia odporności na biodegradację włókieniny węglowej podanej modyfikacji chemicznej.

Słowa kluczowe: biomateriały - węgiel - biodegradacja - morfometria

Wstęp

Liczne badania doświadczalne zajmowały się wpływem włóknistego biomateriału węglowego na reakcje tkankowe. Obejmowały one charakterystykę biomechaniczną protezowanej okolicy oraz proces biologicznego niszczenia materiału węglowego, biodegradacji. Zagadnienie biodegradacji włóknistych biomateriałów węglowych obejmuje zachowanie się ich w gojących się tkankach [1], z ukierunkowaniem na ich toksyczność, kancerogenność [2, 3, 4, 5, 6, 7], jak również parametry wytrzymałościowe. Wgajanie się implantów węglowych łączy się z reakcją zapalną przejawiającą się obecnością nacieków zapalnych, jak również rozpadem i fragmentacją włókien węglowych [7,8]. Badania biodegradacji włókieniny węglowej będącej składową kompozytów węgiel-węgiel ujawniały zacieranie się struktury włókienkowej, fragmentację włókien węglowych, zaś po około trzech miesiącach powstanie ubytków w obrzeżach włókien i ogniskowe pogrubienie niektórych włókien węglowych [9, 10, 11, 12].

Zasadniczym miejscem kontaktu tkanki z biomateriałem węglowym jest powierzchnia biomateriału, zawierająca zarówno grupy kwasowe jak i zasadowe [13, 14]. W przypadku modyfikacji powierzchni włókieniny węglowej

Abstract

Aim of the work was the morphometric comparison of the geometric values as the shortest diameter, curve breadth, and fullness coefficient/ratio, as factors of the biodegradative processes of the carbon cloth (used as a filling of the experimental osseous lesions in the rabbits mandibles). The tissue fragments from 48 rabbits were used. The osseous lesions (6 mm diameter) were made at the mandible base, and then were filled with three kinds of the carbon cloth.

1. carbon cloth type I - with acidic and basic groups on the surface,
2. carbon cloth type II - (processed through oxygenation) with acidic groups on the surface,
3. carbon cloth type III - (coated with pyrocarbon) - with basic groups on the surface.

All parameters were measured with QUANTIMET 500 and the measurements were analysed statistically. The highest changes (dynamics) of the morphometric parameters presents the carbon cloth type I (basic cloth) (the 70% decrease of the shortest diameter during the observation, curve width - 71% decrease; fullness factor - 5.81% increase). The carbon cloth type II showed the decrease of the shortest diameter about 48%, curve width - decrease of 20%, fullness factor increased about 2.6%. The carbon cloth type III showed the decrease of the shortest diameter about 58%, curve width - 56%, and the increase of the fullness ratio of 7.3%. It should be pointed out that the measurements from the 2nd week of the observation do not show the statistical significance between the groups, the most significant differences were shown in 3rd week. Our results point out, that the chemical modification of the cloth surface increases its durability.

Key words: biomaterial - carbon - biodegradation - morphometry

Introduction

Numerous experimental studies dealt with an influence of carbon fibrous biomaterial on tissue reactions. They included biomechanical characteristic of prosthetic area and biological process of carbon material biodegradation. The issue of carbon fibrous biomaterials biodegradation includes their behavior in the healing tissue [1], their toxicity and cancerogenity [2, 3, 4, 5, 6, 7], as well as durability parameters. The healing of carbon implants is connected with an inflammatory reaction manifested by a presence of inflammatory infiltrations and also by a disintegration and fragmentation of carbon fibers [7, 8]. The study of biodegradation of fibrous carbon which is a component of carbon-carbon composites showed the fading away of the fibrous structure, fragmentation of carbon fibers, and three months later, the defects within the edges of fibers and focal thickening of some carbon fibers [9, 10, 11, 12].

Fundamental site of contact of the tissue with carbon biomaterial is a biomaterial surface containing both acidic and basic groups [13, 14]. In case of surface modification of carbon fibrous cloth by oxidation, it will get covered with acid, carboxyl, carbonyl and lacton groups [13, 14]. While, covering of the fiber surface being a part of carbon fibrous

drogą utleniania dochodzić będzie do jej pokrycia grupami kwasowymi, karboksylowymi, karbonyłowymi i laktonowymi [13, 14]. Z kolei pokrycie powierzchni włókien wchodzących w skład włókniny węglem pirolitycznym zwiększy ich inertność biologiczną.

Badania własne wskazały na wahania średniego stopnia szarości szwu chirurgicznego wykonanego z nici węglowej podczas szesnastotygodniowego procesu biodegradacji, przy czym nić węglowa podlegała pracy mechanicznej podczas żucia [15]. Powstaje pytanie, czy w procesie biodegradacji włókniny węglowej służącej do wypełnień ubytków tkankowych i w zasadzie nie pracującej mechanicznie będzie dochodziło do zmian parametrów geometrycznych, jak również czy modyfikacja chemiczna powierzchni, a więc biologiczna reaktywność włókniny warunkuje zmiany tej wartości. Analiza pomiarów geometrycznych włókien węglowych wchodzących w skład włókniny węglowej może poszerzyć wiedzę o procesie ich biodegradacji.

Material i metoda

Do pomiarów morfometrycznych wykorzystano archiwalny materiał histopatologiczny materiał doświadczalny. Podczas eksperymentu 64 dojrzałym królikom, mieszańcom obu płci o wadze od 2600 do 3200g wykonywano ubytki kostne o średnicy 6 mm i głębokości 3 mm w bocznych powierzchniach żuchwy. Ubytki wypełniano trzema rodzajami włókniny węglowej:

1. włókniną typu I - pokrytą na powierzchni grupami o charakterze kwasowym i zasadowym, nie poddana obróbce chemicznej (grupa doświadczalna I),
2. włókniną typu II - pokrytą na powierzchni grupami karboksylowymi, laktonowymi i karbonyłowymi o charakterze kwasowym powstałymi podczas utleniania włókniny we wrzącym kwasie azotowym (grupa doświadczalna II),
3. włókniną typu III - będącą włókniną pokrytą na powierzchni warstwami pirowęgla o charakterze zasadowym (grupa doświadczalna III).

Zabieg wykonywano w znieczuleniu ogólnym ketaminą z zachowaniem jałowości. Ranę zaszywano warstwowo szwami z Dexonu. W okresie pooperacyjnym nie podawano zwierzętom żadnych leków. Zwierzęta poddawano eutanazji po 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24, 52 tygodniu od przeprowadzenia zabiegu. Wycinki tkanki kostnej, które utrwalano w 10% roztworze zobojętnionej formaliny, odwapniono elektrolitycznie w płynie Romeisa, po czym poddawano typowej obróbce histologicznej. Skrawki parafinowe o grubości 5 μ m, barwiono hematoksyliną i eozyną. Badanie morfometryczne obejmowało dostrzegalne fragmenty włókniny węglowej w postaci włókien węglowych widocznych w preparatach mikroskopowych.

Automatyczny pomiar morfometryczny obejmował:

- wymiar najkrótszy włókien węglowych - odpowiadający najmniejszej odległości pomiędzy zewnętrznymi obrysami włókna [16, 17],
- obliczoną szerokość włókien węglowych - wielkość odpowiadającą szerokości prostokąta o polu powierzchni oraz obwodzie mierzonego włókna [17],
- współczynnik wypełnienia włókien węglowych - będący pierwiastkiem stosunku obwodu wypukłego do obwodu rzeczywistego [17, 18].

Powyższe wartości mierzono wykorzystując system analizy obrazu QUANTIMET 500+ COLOR OPTION firmy LEICA. Wyniki poddano analizie statystycznej (STATISTICA '99 v.5.5) wykorzystując test Shapiro - Wilka celem oceny rozkładu wartości, oraz test Manna - Whitney. Analiza obejmowała porównanie wewnątrzgrupowe kolejnych tygodni wewnątrz grupy doświadczalnej, jak i porównanie międzygrupowe pomiędzy sobą wartości morfometrycz-

cloth by pyrolytic carbon will increase its biological inertness.

Own studies pointed out the average degree fluctuations of greyness level of the surgical suture made of carbon thread during sixteen-week biodegradation process while the suture underwent mechanical work during chewing [15]. Therefore, there is a question if geometric parameter changes occur in the biodegradation process of carbon fibrous cloth used for tissue defect filling and not working mechanically and another one if chemical modification of the surface, namely biological reactivity of the fiber is a condition for the changes of this value. Analysis of geometric measurements of carbon fibers being a component of carbon fibrous cloth can increase the knowledge of their biodegradation process.

Material and method

Archival experimental histopathological material was used for morphometric measurements. During the experiment bone defects of 6mm diameter and 3 mm deep were performed in 64 fully grown rabbits of mixed sex and breed and weight of 2600 - 3500g, in lateral surfaces of mandible. The defects were filled with three kinds of carbon cloth:

1. carbon cloth of type I - the surface covered with groups of acidic and basic character, without chemical treatment (study group I)
2. carbon cloth of type II - the surface covered with carboxyl, lacton and carbonyl groups of acidic character created during oxidization of carbon cloth in boiling nitrogen acid (study group II)
3. carbon cloth of type III - the surface covered with the layers of pyrocarbon of basic character (study group III)

The surgery was performed in general ketamin anesthesia with sterility. The wound was sutured with Dexon. No medicines were administered to the animals in the postoperative period. The animals were subjected to euthanasia after 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24, 52 weeks after the surgery. The specimens of bone tissue fixed in 10% neutralized formalin solution were electrolytic decalcified in Romeis fluid; next they were subjected to typical histological treatment. 5 mm-paraffin sections were stained with hematoxylin and eosin. Morphometric examination included perceptible fragments of carbon cloth in the form of carbon fibres visible in microscopic preparations.

Automatic morphometric measurements included:

- the breadth of carbon fibers - corresponding to the smallest distance between the external outlines of the fiber [16, 17],
- the curve width of the carbon fibers - the size corresponding to the width of the oblong of the area and the perimeter of the measured fiber [17],
- the fullness coefficient - being an element of the convex perimeter and real perimeter ratio [17, 18].

The above described values were measured with the image analysis system QUANTIMET 500+ COLOR OPTION, by LEICA. The results were processed statistically (STATISTICA 99 v.5.5) Using Shapiro-Wilk test in order to evaluate the value distribution, as well as Mann-Whitney's test was used. The analysis included comparison of the subsequent weeks within the study group and also the comparison of the morphometric values of the same measurement points (weeks) among groups. Correlation of the mean greyness level was evaluated after some observation using Spearman test.

Results

The analysis included 128 histopathological speci-

nych tych samych punktów pomiarowych (tygodni). Korelację średniego stopnia szarości z czasem obserwacji oceniono wykorzystując test Spearmana.

Wyniki

Przeanalizowano 128 preparatów histopatologicznych pochodzących od 64 królików, w tym analizowano morfometrycznie 12101 fragmentów włókien węglowych. Charakter rozkładu analizowanych pomiarów geometrycznych we wszystkich grupach jak również we wszystkich okresach badawczych nie wykazywał zgodności z rozkładem normalnym ($p < 0.01$, test Shapiro-Wilka).

Wyniki pomiarów zestawiono w TAB. 1-3.

Wymiar najkrótszy włókien węglowych

W grupie doświadczalnej I analiza zmian wymiaru najkrótszego pomiędzy kolejnymi tygodniami obserwacji nie ujawniła istotnej zmiany wymiaru najkrótszego w pierwszych dwóch tygodniach obserwacji, w trzecim tygodniu zaobserwowano znamienny przyrost wymiaru najkrótszego. Pomiedzy trzecim a szóstym tygodniem doszło do znamiennego spadku wymiaru najkrótszego. Spadek zaistniał także pomiędzy szóstym a dziewiątym tygodniem obserwacji. W dwunastym tygodniu obserwowano znamienny wzrost wymiaru najkrótszego. Nie zaobserwowano znamiennej różnicy pomiędzy dwunastym a dwudziestym czwartym tygodniem, natomiast w 52 tygodniu obserwacji stwierdzano znamienny spadek do wartości $3.33 \mu\text{m}$.

W grupie doświadczalnej II wewnątrzgrupowe porównania zmian wymiaru najkrótszego wykazały znamienny spadek wartości w 2 tygodniu, znamienny wzrost pomiędzy 3 a 6 tygodniem i znamienny spadek pomiędzy 9 a 12 tygodniem obserwacji.

Porównania wewnątrzgrupowe wymiaru najkrótszego w grupie doświadczalnej III wskazały natomiast nieznamienne wahania tej wartości. (TAB.4).

Obliczona szerokość włókien węglowych

Wartość przeciętna obliczonej szerokości włókien węglowych grupy I wykazywała nieznamienny wzrost w 2 i 3 tygodniu, zaś w 6 i 9 tygodniu dochodziło do znamiennego spadku. Z kolei w 12 tygodniu wzrost wartości przeciętnej był znamienny statystycznie a istotny spadek obserwowano pomiędzy 24 a 52 tygodniem.

Z kolei w grupie II wartość przeciętna obliczonej szerokości spadała w pierwszych trzech tygodniach, i po nieznamiennym wzroście w tygodniu 6 dochodziło do dalszego spadku, istotnego w 24 tygodniu.

W III grupie doświadczalnej porównania zmian obliczonej szerokości wskazują na znamienny wzrost obliczonej szerokości pomiędzy 2 a 6 tygodniem oraz znamienny spadek tej wartości pomiędzy 9 a 12 tygodniem (TAB. 5).

Współczynnik wypełnienia

Analiza wewnątrzgrupowych zmian współczynnika wypełnienia w grupie doświadczalnej I wykazała znamienny wzrost współczynnika w okresie pomiędzy 2 a 9 i 24 a 52 tygodniem. Znamienny spadek wartości przeciętnej obserwowano pomiędzy 9 a 12 tygodniem.

W grupie doświadczalnej II zmiany te wskazują natomiast na znamienny wzrost współczynnika w 2 tygodniu jak i znamienne wahania (wzrost i spadek pomiędzy 3 a 9 tygodniem).

W grupie doświadczalnej III obserwowano znamienny wzrost wartości przeciętnej w 9 i 24 tygodniu. (TAB.6).

Porównania wartości morfometrycznych między grupami doświadczalnymi

Grupa doświadczalna I posiadała w 1 tygodniu wartość przeciętną wymiaru najkrótszego zbliżoną do grupy II i

mens from 64 rabbits, 12101 fragments of carbon fibers were analyzed morphometrically. The character of distribution of the analyzed geometric measurements in all groups in all study periods did not show any compatibility with a normal distribution ($P < 0.01$, Shapiro-Wilk test).

The results of measurements are compared in the TABLES 1-3.

The shortest measurement of the carbon fibers

In the study group I, the analysis of the change of the breadth between subsequent observation weeks did not reveal any significant change in the breadth in the first two weeks of observation. In the third week, a significant increase of the breadth was observed. Between the third and the sixth week, a significant decrease of the breadth occurred. In the twelfth week, a significant increase of the breadth was observed. No significant difference was observed between the twelfth and the twenty fourth week, while in the 52nd week, a significant decrease to the value of $3.33 \mu\text{m}$ was found.

In the II study group, the comparisons of the changes of the breadth within the group showed a significant decrease of value in the second week, a significant increase between the 3rd and the 6th week and significant decrease between the 9th and 12th week of observation.

The comparisons within the group of the breadth in the study group III showed insignificant fluctuations of this value (TAB. 4).

The curve width of the carbon fibers

The mean value of the calculated carbon fiber width of the group I showed a significant increase in the 2nd and 3rd week, while in the 6th and 9th week a significant decrease occurred. In the 12th week an increase of the mean value was statistically significant while a significant decrease was observed between the 24th and 52nd week.

Next, in the group II, a mean value of the curve width decreased in the first three weeks and after the insignificant increase in the 6th week, a further decrease occurred which became significant in the 24th week.

The comparisons of the changes of the curve width in the III study group show a significant increase of the curve width between the 2nd and 6th week and a significant decrease of this value between the 9th and 12th week (TAB. 5).

Fullness factor

The analysis within the group of the fullness factor changes in the I study group showed a significant increase of the coefficient in the periods between the 2nd and 9th, and the 24th and 52nd week. A significant decrease of the mean value was observed between the 9th and the 12th week.

In the II study group, these changes indicate a significant increase of the coefficient in the 2nd week as well as significant fluctuations (increase and decrease between the 9th and 24th week).

In the III study group, a significant increase of the mean value in the 9th and 24th week was observed (TAB. 6).

The comparison of the morphometric values among the study groups

The mean value of the breadth in the I study group in the 1st week was very close to the groups II and III. A significant difference between the groups II and III indicating the smallest value in the group III was shown. In the third week all groups revealed significant differences with respect to one another. Starting from the 9th week, the significance of the differences between the groups I and III remained

III. Pomiędzy grupą II i III wykazano znamiennej różnicę wskazującą na najmniejszą wartość w grupie III. W trzecim tygodniu wszystkie grupy wykazywały znaczne różnice względem siebie. Począwszy od tygodnia 9 utrzymywała się znaczność różnic pomiędzy I a III grupą. W grupie pierwszej dochodziło bowiem do wzrostu wymiaru najkrótszego w 12 tygodniu i postępującego spadku, z kolei w III grupie tylko postępującego spadku. Grupa II była natomiast zbliżona pod względem wartości jak i trendu zmian do grupy trzeciej (TAB. 7).

Obliczona szerokość włókien węglowych w porównaniu z wymiarem najkrótszym ujawniała znaczność międzygrupową już w 1 tygodniu. Największa wartość obliczonej szerokości wykazywała grupa II, najmniejsza grupa III. W trzecim tygodniu, grupy I od II i II od III różniły się wzajemnie. Warto zaznaczyć, że i ten parametr wskazuje na podobieństwo międzygrupowe grupy II i III pomiędzy 9 a 52 tygodniem (TAB. 8).

Międzygrupowe zróżnicowanie współczynnika wypełnienia stwierdzano w 3 i 6 tygodniu. Pomiędzy II a III grupą nie wykazano zmian znamienych w okresie od 9 do 52 tygodnia (TAB. 9).

Korelacja parametrów morfometrycznych z czasem biodegradacji.

Korelacje wszystkich badanych parametrów morfometrycznych z czasem trwania obserwacji były wysoce znaczne statystycznie (TAB.10). Znak współczynnika korelacji R Spearmana wskazywał na korelację o charakterze ujemnym w przypadku wymiaru najkrótszego i obliczonej szerokości, zaś dodatnim w przypadku współczynnika wypełnienia.

Najsilniejsza korelacja ujemna (malejąca) dotyczyła doświadczalnej grupy pierwszej w przypadku tak wymiaru najkrótszego jak i obliczonej szerokości włókien węglowych.

Najsilniejszą korelację dodatnią (rosnącą) wykazano natomiast w grupie doświadczalnej II dla współczynnika wypełnienia.

Dyskusja

Biomateriały węglowe wykorzystywane w medycynie obejmują stosunkowo rozległą grupę form węgla, przede wszystkim formy włókniste węgla w tym włókniny, włókna węglowe, tkaniny węglowe i tzw. roving czyli przędzę lub plecionkę węglową [19]. Inną postacią jest forma szklista węgla, znajdująca zastosowanie w okulistyce jak i stomatologii [20,21,22]. Zastosowanie implantów z włókniny węglowej celem wypełnienia ubytków kostnych zuchwy prowadziło do pojawienia się regeneracji tkanki kostnej [23]. Badanie histologiczne okolicy wszczepienia włókniny węglowej w okolicę ubytków wyrostków zębodołowych szczęki ujawniało cofanie się nacieku zapalnego, a powstała tkanka ziarninowa różnicowała się w kierunku tkanki łącznej włóknistej. Spotykano przy tym ogniskowy rozrost fibrocytów, zaś włókna tworzące włókninę węglową ulegały rozpadowi, fragmentacji [9,24].

Nieliczne badania doświadczalne [25,26] ujawniły przyrost grubości pojedynczych włókien węglowych w okresie pierwszych czterech tygodni, następnie spadek grubości do X tygodnia i kolejny wzrost ich grubości w XVI tygodniu. Inne pomiary także wskazywały na spadek średnicy włókien węglowych, pojawianie się ich pęknięć i zaburzenie układu włókien [25]. Proces biodegradacji włókniny węglowej będącej składową kompozycji węgiel-węgiel obejmował zacieranie się struktury włókninowej, pęknięcia włókien węglowych, zaś po około trzech miesiącach pojawiały się ubytki w obrzeżach włókien oraz odcinkowe pogrubienie niektórych włókien węglowych, ostatecznie docho-

do na tym samym poziomie. Jednakże, w pierwszej grupie wzrost grubości włókien wystąpił w 12 tygodniu i nastąpił progresywny spadek, natomiast w grupie III tylko progresywny spadek wystąpił. Grupa II była bardzo bliska pod względem wartości i tendencji zmian do grupy trzeciej (TAB. 7).

Przebieg szerokości włókien węglowych w porównaniu z przebiegiem grubości włókien wykazywał zmienność między grupami już od pierwszego tygodnia. Największa wartość szerokości została obserwowana w grupie II, a najmniejsza w grupie III. W trzecim tygodniu, grupa I różniła się od grupy II, a grupa II od grupy III. Należy podkreślić, że ten parametr wskazuje na podobieństwo między grupami II i III między 9 a 52 tygodniem (TAB.8).

Różnica w czynniku pełności między grupami została stwierdzona w 3 i 6 tygodniu. Nie wykazano różnic między grupami II i III w okresie od 9 do 52 tygodnia (TAB. 9).

Korelacja parametrów morfometrycznych z czasem biodegradacji.

Korelacje wszystkich badanych parametrów morfometrycznych były wysoce znaczne statystycznie (TAB.10). Symbol korelacji R Spearmana wskazywał na korelację o charakterze ujemnym w przypadku grubości i szerokości, zaś dodatnim w przypadku czynnika pełności.

Najsilniejsza korelacja ujemna (malejąca) dotyczyła doświadczalnej grupy pierwszej w przypadku tak grubości jak i szerokości włókien węglowych.

Najsilniejszą korelację dodatnią (rosnącą) wykazano natomiast w grupie doświadczalnej II dla czynnika pełności.

Discussion

Carbon biomaterials used in medicine include relatively vast group of carbon forms, mainly fibrous carbon forms including fibrous carbon, carbon fibers, carbon cloths and so called roving, i.e. wattle or woven carbon [19]. Another form is a glassy carbon form applied in ophthalmology and dentistry [20,21,22]. The application of fibrous carbon implants in order to fill the mandible bone defects lead to the regeneration of bone tissue [23]. Histological examinations of the region of the fibrous carbon implantation into the defects of jaw alveolar processes revealed a withdrawal of an inflammatory infiltration and a newly created granulation tissue was differentiating towards the fibrous connective tissue. Also the focal growth of fibrocytes was met there, while the fibers of fibrous carbon underwent degradation and fragmentation [9,42].

Few experimental studies [25,26] revealed an increase of thickness of individual carbon fibers in the period of the first four weeks, next a decrease of the thickness up to the 10th week and another increase of the thickness in the 16th week. Other measurements also indicated a decrease of the diameter of carbon fibers, an appearance of cracking and violation of fiber system [25]. A biodegradation process of fibrous carbon being an element of carbon-carbon composites included fading of fibrous structure, carbon fiber cracking, and after three months, defects on the fiber edges and fragmental thickening of some carbon fibers appeared. Finally, the fibers were cracking and were covered with mesenchymal cells [9,10,11,12].

The results of the morphometric measurements of carbon fibers being a part of fibrous carbon proved a usefulness of each morphometric parameter in the analysis of different observation periods in relation to different types fibrous carbons. The difference occurring during fibrous carbon biodegradation in the I study group are best characterized by the breadth and the fullness factor.

dziło do pęknięcia włókien i obrastania ich przez komórki mezenchymalne [9,10,11,12].

Wyniki pomiarów morfometrycznych włókien węglowych wchodzących w skład włókniny węglowej wykazały przydatność poszczególnych parametrów morfometrycznych w analizowaniu różnych okresów obserwacyjnych w odniesieniu do różnych typów włókien węglowych. Wymiar najkrótszy i współczynnik wypełnienia najlepiej charakteryzują różnice zachodzące podczas biodegradacji włókniny z I grupy doświadczalnej.

Najwyższą dynamikę zmian parametrów morfometrycznych w czasie wykazuje włóknina pokryta grupami o charakterze zarówno kwasowym jak i zasadowym, najsilniej ulegając biodegradacji (spadek przeciętnej wartości wymiaru najkrótszego o około 70%, obliczonej szerokości o 71%, wzrost współczynnika wypełnienia o 5.81%). Włóknina pokryta grupami kwasowymi zmniejszała przeciętną wartość wymiaru najkrótszego o 48 %, obliczonej szerokości o 20%, współczynnik wypełnienia wzrastał o 2.6% . Włóknina pokryta warstwami pirowęgla o charakterze zasadowym wykazywała natomiast spadek wymiaru najkrótszego o 58%, obliczonej szerokości o 55.6%, współczynnik wypełnienia wzrastał o 7.3% . Zwraca natomiast uwagę zestawienie znamienności różnic międzygrupowych, wskazując na wzajemne podobieństwo wszystkich parametrów morfometrycznych w drugim tygodniu, istnienie najwyraźniejszych różnic międzygrupowych w trzecim tygodniu. Różnice w strukturze chemicznej powierzchni włókniny wydają się rzutować na proces biodegradacji włókniny odzwierciedlony w postaci korelacji poszczególnych wartości pomiarowych z czasem . Najsilniejszą korelację ujemną stwierdzono w grupie I i dotyczyła ona wymiaru najkrótszego oraz obliczonej szerokości włókien węglowych. Grupa druga i trzecia, wykazywały zbliżone wskaźniki współczynnika korelacji dla wszystkich parametrów morfometrycznych wskazując na spowolnienie procesu biodegradacji włókniny poddanej modyfikacji powierzchniowej w porównaniu z włókniną niemodyfikowaną. Warto wskazać, iż włókniny poddane modyfikacji powierzchniowej wykazują po rocznym okresie biodegradacji wyższe wartości zarówno przeciętnego wymiaru najkrótszego jak i obliczonej szerokości w porównaniu z włókniną niemodyfikowaną.

Wniosek

Modyfikacja chemiczna powierzchni włókniny węglowej istotnie hamuje proces biodegradacji włókniny węglowej.

The highest dynamics of morphometric parameter changes with time was demonstrated by the fibrous carbon covered with groups of both acidic and basic character (a decrease of a mean value of the breadth by c. 70%, the curve width by 71%, an increase of fullness factor by 5.8%). The fibrous carbon covered with acidic groups decreased a mean value of the breadth by 2.6%. The fibrous carbon covered with pyrocarbon layers of basic character showed a decrease of the breadth by 7.3%. However, the comparison of the significance of differences among groups is noteworthy; it shows reciprocal similarity of all the morphometric parameters in the second week and the existence of the most distinct differences among groups in the third week. The differences in chemical structure of fibrous carbon surface seem to have an influence on fibrous carbon biodegradation process reflected in correlations of individual measure values in time. The strongest negative correlation was found in the group I and it related to the breadth and the curve width of the fibrous carbons. The second and third group showed similar indexes of the correlation coefficient for all the morphometric parameters which indicates slowing down of the biodegradation process of fibrous carbon exposed to surface modification as compared to unmodified fibrous carbon. It should be pointed out that the carbon the fibrous carbons exposed to a surface modification have, after one-year biodegradation, the values of both the mean breadth and the curve width in comparison with the unmodified fibrous carbon.

Conclusion

Chemical modification of the fibrous carbon surface restrains essentially the biodegradation process of the fibrous carbon.

GROUP I - GRUPA I						
Week Tydzień	Number of measurements liczba pomiarów	Median Mediana	Minimal value Wartość najmniejsza	Maximal value Wartość największa	Lower quartile Kwartył dolny	Upper quartile Kwartył górny
1	450	11.11	1.11	91.11	3.33	15.56
2	423	11.11	1.11	98.89	3.33	14.44
3	256	13.33	1.11	107.78	5.00	15.56
6	671	10.00	1.11	81.11	3.33	15.56
9	986	6.67	1.11	66.67	2.22	13.33
12	553	8.89	1.11	218.89	3.33	15.56
24	689	7.78	1.11	168.89	3.33	14.44
52	619	3.33	1.11	163.33	2.22	8.89
GROUP II - GRUPA II						
1	360	13.33	1.11	110.00	4.44	16.67
2	342	11.11	1.11	96.67	3.33	14.44
3	623	8.89	1.11	116.70	3.33	14.44
6	245	12.22	1.11	114.40	4.44	15.56
9	618	10.00	1.11	106.70	3.33	14.44
12	461	8.89	1.11	96.67	3.33	14.44
24	629	6.67	1.11	98.89	2.22	14.44
52	415	5.56	1.11	110.00	2.22	14.44
GROUP III - GRUPA III						
1	310	8.89	1.11	93.33	3.33	15.56
2	483	8.89	1.11	114.44	3.33	15.56
3	466	11.11	1.11	46.67	5.56	14.44
6	360	8.89	1.11	128.89	3.33	16.12
9	458	8.89	1.11	96.67	3.33	14.44
12	334	6.67	1.11	81.11	3.33	14.44
24	649	5.56	1.11	76.67	2.22	13.33
52	703	5.56	1.11	74.44	2.22	14.44

GROUP I - GRUPA I						
Week Tydzień	Number of measurements liczba pomiarów	Median Mediana	Minimal value Wartość najmniejsza	Maximal value Wartość największa	Lower quartile Kwartył dolny	Upper quartile Kwartył górny
1	450	7.78	1.11	16.67	3.33	11.11
2	423	8.89	1.11	17.78	3.33	11.11
3	256	10.00	1.11	16.67	3.33	12.22
6	671	6.67	1.11	17.78	2.22	11.11
9	986	4.44	1.11	21.11	2.22	10.00
12	553	6.67	1.11	22.22	2.22	11.11
24	689	5.56	1.11	18.89	2.22	11.11
52	619	2.22	1.11	18.89	2.22	5.56
GROUP II - GRUPA II						
1	360	10.00	1.11	17.78	3.33	12.22
2	342	7.78	1.11	15.56	3.33	11.11
3	623	6.67	1.11	20.00	2.22	11.11
6	245	10.00	1.11	16.67	3.33	11.11
9	618	6.67	1.11	24.44	3.33	11.11
12	461	6.67	1.11	17.78	2.22	11.11
24	629	4.44	1.11	17.78	2.22	10.00
52	415	4.44	1.11	16.67	2.22	11.11
GROUP III - GRUPA III						
1	310	5.56	1.11	22.22	2.22	11.11
2	483	6.67	1.11	16.67	2.22	12.22
3	466	8.33	1.11	15.56	4.44	11.11
6	360	6.67	1.11	16.67	2.22	11.11
9	458	6.67	1.11	18.89	2.22	11.11
12	334	4.44	1.11	16.67	2.22	11.11
24	649	4.44	1.11	17.78	2.22	10.00
52	703	4.44	1.11	17.78	2.22	10.00

TABELA 1. Statystyka opisowa wymiaru najkrótszego włókna węglowych w kolejnych tygodniach obserwacji. Wartości podano w μm .
TABLE 1. Descriptive statistics of the carbon fibre shortest diameter in consecutive weeks of the observation. Values in μm .

TABELA 2. Statystyka opisowa obliczonej szerokości włókna węglowych w kolejnych tygodniach obserwacji. Wartości podano w μm .
TABLE 2. Descriptive statistics of the carbon fibre curve width in consecutive weeks of the observation. Values in μm .

GROUP I - GRUPA I						
Week Tydzień	Number of measurements liczba pomiarów	Median Mediana	Minimal value Wartość najmniejsza	Maximal value Wartość największa	Lower quartile Kwartył dolny	Upper quartile Kwartył górny
1	450	0.9315	0.395	1.250	0.825	1.008
2	423	0.9160	0.504	1.371	0.809	1.0-6
3	256	0.9340	0.521	1.371	0.840	1.010
6	671	0.9350	0.503	1.371	0.837	1.019
9	986	0.9590	0.518	1.371	0.882	1.052
12	553	0.9230	0.410	1.371	0.804	1.005
24	689	0.9370	0.414	1.371	0.824	1.030
52	619	0.9860	0.428	1.371	0.877	1.098
GROUP II - GRUPA II						
1	360	0.8865	0.391	1.371	0.7353	0.979
2	342	0.9255	0.469	1.371	0.830	0.995
3	623	0.8610	0.521	1.371	0.740	1.010
6	245	0.8980	0.395	1.371	0.742	0.978
9	618	0.9335	0.527	1.371	0.813	1.007
12	461	0.9470	0.468	1.371	0.831	1.033
24	629	0.9480	0.514	1.371	0.846	1.051
52	415	0.9510	0.448	1.371	0.855	1.056
GROUP III - GRUPA III						
1	310	0.9245	0.403	1.371	0.770	1.025
2	483	0.9200	0.428	1.371	0.781	1.027
3	466	0.9240	0.578	1.371	0.847	0.984
6	360	0.9125	0.467	1.261	0.788	1.044
9	458	0.9400	0.513	1.371	0.839	1.019
12	334	0.9405	0.539	1.371	0.814	1.029
24	649	0.9510	0.488	1.371	0.861	1.062
52	703	0.9500	0.506	1.371	0.846	1.08

TABELA 3. Statystyka opisowa współczynnika wypełnienia włókien węglowych w kolejnych tygodniach obserwacji
TABLE 3. Descriptive statistics of the carbon fibre fullness factor in consecutive weeks of the observation.

Compared weeks Tygodnie porównywane	Probability Prawdopodobieństwo		
	Group I Grupa I	Group II Grupa II	Group III Grupa III
1 vs 2	0.508	0.006	0.717
2 vs 3	0.007	0.277	0.089
3 vs 6	0.001	0.0043	0.213
6 vs 9	0.000002	0.057	0.679
9 vs 12	0.000001	0.038	0.053
12 vs 24	0.095	0.09	0.078
24 vs 52	0.000001	0.926	0.584

TABELA 4. Porównania średniego stopnia szarości włókien węglowych w poszczególnych tygodniach obserwacji
TABLE 4. Comparison of carbon fibre shortest diameter in subsequent weeks of the

Compared weeks Tygodnie porównywane	Probability Prawdopodobieństwo		
	Group I Grupa I	Group II Grupa II	Group III Grupa III
1 vs 2	0.9366	0.004	0.55
2 vs 3	0.0842	0.07	0.044
3 vs 6	0.00001	0.0024	0.009
6 vs 9	0.00004	0.07	0.402
9 vs 12	0.00001	0.19	0.021
12 vs 24	0.094	0.002	0.061
4 vs 52	0.0000001	0.63	0.937

TABELA 5. Porównania obliczonej szerokości włókien węglowych w poszczególnych tygodniach obserwacji
TABLE 5. Comparison of carbon fibre curve width in subsequent weeks of the observation

Compared weeks Tygodnie porównywane	Probability Prawdopodobieństwo		
	Group I Grupa I	Group II Grupa II	Group III Grupa III
1 vs 2	0.35	0.0001	0.713
2 vs 3	0.000006	0.284	0.425
3 vs 6	0.0000001	0.00002	0.198
6 vs 9	0.00008	0.0004	0.023
9 vs 12	0.0000001	0.23	0.525
12 vs 24	0.053	0.164	0.015
24 vs 52	0.0000001	0.95	0.957

TABELA 6. Porównania współczynnika wypełnienia włókien węglowych w poszczególnych tygodniach obserwacji
TABLE 6 Comparison of carbon fullness factor in subsequent

Week Tydzień	Probability Prawdopodobieństwo		
	Group I Grupa I	Group II Grupa II	Group III Grupa III
1	0.052991	0.102746	0.002901
2	0.802733	0.583625	0.722825
3	0.001146	0.040783	0.005257
6	0.014720	0.720468	0.081978
9	0.0000001	0.000070	0.290022
12	0.086960	0.009445	0.415701
24	0.029317	0.000270	0.137546
52	0.0000001	0.0000001	0.369379

TABELA 7. Porównania międzygrupowe wymiaru najkrótszego
TABLE 7. The shortest diameter comparisons among analyzed groups

Week Tydzień	Probability Prawdopodobieństwo			Week Tydzień	Probability Prawdopodobieństwo			Group Grupa	Number of measurements Liczba pomiarów	Spearman R	Probability Prawdopodobieństwo
	Compared groups Porównywane grupy				Compared groups Porównywane grupy						
	I vs II	I vs III	II vs III		I vs II	I vs III	II vs III				
1	0.027233	0.026054	0.000122	1	0.000054	0.440442	0.006765	I	4647	-0.158	3.05×10^{-27}
2	0.392247	0.118511	0.477446	2	0.369158	0.962654	0.595010	II	3691	-0.109	3.31×10^{-11}
3	0.000018	0.072279	0.000339	3	0.0000001	0.0000001	0.292599	III	3763	-0.106	6.49×10^{-11}
6	0.010898	0.693962	0.017763	6	0.000007	0.025081	0.023401	Curve width Obliczona szerokość			
9	0.0000001	0.000033	0.526690	9	0.000001	0.001325	0.113785	I	4647	-0.189	0.00000001
12	0.490745	0.017840	0.120898	12	0.019574	0.096244	0.720368	II	3691	-0.124	3.271×10^{-14}
24	0.017957	0.000403	0.214054	24	0.039497	0.002516	0.336231	III	3763	-0.130	1.38×10^{-15}
52	0.0000001	0.0000001	0.132066	52	0.000356	0.004540	0.372783	Fullness factor Współczynnik wypełnienia			
								I	4647	0.092	1.32×10^{-11}
								II	3691	0.106	9.79×10^{-11}
								III	3763	0.1015	4.37×10^{-10}

TABELA 10. Korelacja parametrów morfometrycznych z czasem biodegradacji.

TABLE 10. Morphometric parameters correlation with biodegradation time.

TABELA 9. Porównania międzygrupowe współczynnika wypełnienia.

TABLE 9. The fullness factor comparisons among analyzed groups.

TABELA 8. Porównania międzygrupowe obliczonej szerokości.

TABLE 8. The curve width comparisons among analyzed groups.

Piśmiennictwo

- [1] Szczurek - Katańska M.: "Wpływ włókna węglowego o różnej mikrostrukturze i chemicznej budowie powierzchni na gojenie się ran kostnych żuchwy u królików" Praca doktorska. Śląska Akademia Medyczna, Zabrze 1999 r.
- [2] Bjork V.O.: "The pyrolytic carbon occluder for the Bjork-Shiley tilting disc valve prosthesis" Scand J Thorac Cardiovasc Surg 1972;6:109-113
- [3] Borkos J.C.: "Carbon biomedical devices" Carbon 1977;15:355-371

References

- [4] Donnet J.B., Bansal R.C.: "Carbon fibers". Marcel Dekker Inc. N.Y. 1990
- [5] Haubold A.D., Shim H.S., Borkos J.C.: "Carbon Biomedical devices" w: Williams D.F. (red): "Biocompatibility of clinical implant materials", vol. II, CRC Press, Boca Raton 1982
- [6] Haubold A.: "Carbon in Prosthetics". Ann N.Y. Acad Sci 1977;283:383-395
- [7] Pampuch R.: "Materiały węglowe" w Kuś W.M. (red): "Biomateriały w Medycynie" Drukarnia Agencji Poligraficzno-Wydawniczej KARNIOWICE, 1993, s.19
- [7] Pampuch R.: "Materiały węglowe" w Kuś W.M. (red): "Biomateriały w Medycynie" Drukarnia Agencji Poligraficzno-Wydawniczej KARNIOWICE, 1993, s.19
- [8] Pykało R.: "Obrazy mikroskopowe i radiologiczne implantów węglowych" w: Kuś W.M. (red): "Biomateriały w Medycynie" Drukarnia Agencji Poligraficzno-Wydawniczej KARNIOWICE, 1993, s.89-91
- [9] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Sabat D.: "Obserwacje nad wpływem włókna węglowego na gojenie się tkanki kostnej w ubytkach pooperacyjnych wyrostków żębodołowych szczęk" Materiały III Konferencji "Biomateriały Węglowe" Ryto 1992, s.23-28
- [10] Cieślak T.: "Płytki i śruby z kompozytu węgiel-węgiel do zespolenia odcinków żuchwy. Badania doświadczalne i kliniczne." Rozprawa habilitacyjna. Śl.A.M. Katowice 1993r.
- [11] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Skulski S., Sabat D.: "Technika skaningowa w ocenie płytek i śrub z kompozytu węgiel-węgiel stosowanych do zespolenia żuchwy" Inż Mater 1993;5:142-3
- [12] Cieślak T., Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Sabat D., Chłopek J., Skulski S.: "Kliniczna i histopatologiczna ocena zespolenia złamanej żuchwy przy pomocy płytek i śrub wykonanych z kompozytu węgiel-węgiel". Inż Mater 1993;5:140-2
- [13] Błażewicz M., Błażewicz S., Wajler C.: "Mechanical and implant behaviour of chemically modified carbon braids" Ceramics Int 1994;20:99-103
- [14] Czajkowska B., Błażewicz M.: Phagocytosis of chemically modified carbon materials. Biomaterials 1997;18:69-74
- [15] Dąbrowka K., Nożyński J., Zembala - Nożyńska E., Błażewicz S.: "Średni stopień szarości - obiektywny parametr biodegradacji włókien węglowych" Inżynieria Biomateriałów 2001;13:3-8
- [16] Zieliński K.W.: "Zarys zasad histomorfometrii w badaniach patomorfologicznych". Pol J Pathol 45, suppl4, 1994
- [17] QUANTIMET 500 + User Manual, Leica, Cambridge 1994
- [18] Oberholzer M.: "Shape descriptors in diagnosis" Acta Stereol 1992;11:63
- [19] Chłopek J.: "Kompozyty węgiel-węgiel. Otrzymywanie i zastosowanie w medycynie" Ceramika 52. Pol Biul Ceram. No 14. 1997. Kraków
- [20] Fraunhofer J.A., L' Estance P.R., Mack A.O.: "Materials science in dental implantation and a promising new material: vitreous carbon". Bioengineering 1971;6:114
- [21] Gierkowska A., Kamińska - Olechnowicz B., Olechnowicz A.: "Keratoprotezowanie" Klin Oczna 1982;84:375-7
- [22] Schnitman P.A., Woolfson M.W., Feingold L., Guttelman H.M., Freedman H.M., Kalis P.J., Buchanan W., Schulman L.B.: "Vitreous carbon implants: a five-year study in baboons". J Prosthet Dent 1980;44:190-200
- [23] Pogorzelska-Stronczak B., Szczurek Z., Cieślak T., Sabat D.: "Badania doświadczalne i kliniczne nad wpływem włókna węglowego na gojenie ubytków kości szczęk" w: Kuś W.M. (red): "Biomateriały w Medycynie" Drukarnia Agencji Poligraficzno-Wydawniczej KARNIOWICE, 1993, s.232-235
- [24] Pogorzelska-Stronczak B., Skulski S., Szczurek Z., Cieślak T., Sabat D.: "Ocena histopatologiczna tkanek otaczających węglowy i metalowy szew kostny łączący odcinki żuchwy u królików". Inż Mater 1993;5:128-9
- [25] Pogorzelska-Stronczak B., Skulski S., Szczurek Z., Cieślak T.: "Ocena powierzchni nici węglowej umieszczonej w tkance kostnej żuchwy królików na podstawie badań w mikroskopie skaningowym" Inż Mater 1993;5:127-8
- [26] Skulski S.: "Ocena przydatności nici węglowej do zespolenia odcinków żuchwy na podstawie badań doświadczalnych" rozprawa doktorska, Śl.A.M. Zabrze 1993

Wskazówki dla autorów

Prace do opublikowania w czasopiśmie "Inżynieria Biomateriałów" będą przyjmowane wyłącznie z tłumaczeniem na język angielski.

Prosimy je nadsyłać na dyskietkach wyłącznie w formacie Word 6.x (lub wyższy) wraz z jednym egzemplarzem kontrolnego wydruku i kompletem rysunków i zdjęć.

Możliwe jest również dołączanie ilustracji w różnych formatach grafiki typu .eps, .jpg, .tif, .cdr, .cpt, .gif.

Rozmiar artykułu:

- przeglądowego i pracy oryginalnej - do 10 stron standardowego maszynopisu,
- komunikatu - do 5 stron,
- noty technicznej - do 3 stron

Obowiązuje układ jednostek SI.

Rysunki, tabele i równania powinny być kolejno ponumerowane.

Struktura artykułu:

- streszczenie (do 200 słów),
- słowa kluczowe (3-10 słów),
- wprowadzenie,
- materiał i metodyka,
- wyniki,
- dyskusja,
- wnioski,
- piśmiennictwo (wg systemu Harvard).

Odnosniki literaturowe w tekście należy podawać jako kolejne liczby arabskie w nawiasach kwadratowych.

Piśmiennictwo (zawierające nazwiska autorów i skróty ich imion, tytuł artykułu, tytuł czasopisma, tom, rok w nawiasach okrągłych i strony) powinno być zamieszczone na końcu artykułu. Skróty tytułów czasopism należy unikać bądź podawać zgodnie z Chemical Abstract. Cytując książki należy podawać numery odpowiednich rozdziałów.

Nie przewiduje się wypłacania honorariów autorskich.

Prace należy nadsyłać na adres:

Redakcja "Inżynieria Biomateriałów"
Akademia Górniczo - Hutnicza
Katedra Ceramiki Specjalnej
30-059 Kraków, al. Mickiewicza 30/A-3
fax. (48-12) 633-46-30
tel. (48-12) 617-24-62
e-mail: apowroz@uci.agh.edu.pl

Warunki prenumeraty

Wydawnictwo Polskie Stowarzyszenie Biomateriałów w Krakowie przyjmuje zamówienia na prenumeratę, która może obejmować dowolny okres, w którym wydawane są kolejne zeszyty. Zamawiający otrzyma zaprenumerowane zeszyty poczynawszy od daty dokonania wpłaty. Zamówienia wstecz będą realizowane w miarę posiadanych zapasów.

Realizacja zamówienia

Warunkiem realizacji zamówienia jest otrzymanie z banku potwierdzenia dokonania wpłaty przez prenumeratę.

Konto

Polskie Stowarzyszenie Biomateriałów
30-059 Kraków, al. Mickiewicza 30/A-3
Bank Śląski S.A. O/Kraków,
nr rachunku 10501445-1200856001

Należy podać swój adres, tytuł czasopisma, okres prenumeraty i liczbę zamawianych egzemplarzy.

Opłata

roczna - 48,- zł

Instructions to authors

Contributions in English language version should be submitted to:

Editorial Office

"Engineering of Biomaterials"

University of Mining and Metallurgy,

Special Ceramics Department,

Al. Mickiewicza 30/A-3, 30-059 Kraków, Poland

fax. (48-12) 633-46-30, tel. (48-12) 617-24-62,

e-mail: apowroz@uci.agh.edu.pl

Texts should be delivered on a 3.5-inch diskette, accompanied by a printout (with a double spacing) including drawings, photographs, tables etc. Recommended is IBM-compatible MS format, e.g. Word 6.x (or higher). Illustrations can be enclosed on diskettes in the formats: .eps, .jpg, .tif, .cdr, .cpt, .gif.

Advised paper length is:

- review papers and accounts of original unpublished research - up to 10 pages (standard manuscript pages);
- short communications - up to 5 pages;
- technical notes - up to 3 pages.

SI units should be used in the text.

Figures, Tables and Equations should be numbered in corresponding consecutive series of the Arabic numbers.

Layout of the paper should be the following:

- Abstract (up to 200 words)
- Key words (3-10 words)
- Introduction
- Materials and Methods
- Results
- Discussion
- Conclusions
- References

References should be made in the text by using consecutive Arabic numbers in brackets. Full references (including author's surname and abbreviated names, title of the paper, title of the journal, volume, year in parenthesis and pages) should be given in a list at the end of the paper. Abbreviations of journal titles should be avoided or used in accordance with those listed in Chemical Abstracts. Whenever a book is cited, the number of the relevant chapter should be given.

The journal makes no page charges.

Subscription terms

Subscription orders should be addressed to the Polish Society for Biomaterials in Kraków.

The ordered issues will be delivered consecutively starting from the date of payment, acknowledged by the bank.

Earlier issues will be supplied if available.

Subscription rates:

12 months - 48,0 zł

6 months - 24,0 zł

Payment should be made to:

Polish Society for Biomaterials,

Al. Mickiewicza 30/A-3,

30-059 Kraków, Poland

Bank Śląski S.A. O/Kraków,

account no. 10501445-1200856001

It is requested to quote the subscriber's name, title of the journal, desired subscription period and number of the ordered copies.

BIOCOMPATIBILITY OF C-C COMPOSITES COVERED WITH PYC AND PHEMA

M. Burešová*, K. Balík*, V. Machovič**, M. Novotná**,
V. Pešáková***, H. Hulejová***, M. Sochor****

* Institute of Rock Structure and Mechanics,

Academy of Sciences of the Czech Republic in Prague

** Institute of Chemical Technology in Prague

*** Rheumatism Institute in Prague

**** Czech Technical University in Prague

[Engineering of Biomaterials, 20, (2002), 3-5]

BADANIA ULTRADŹWIĘKOWE POROWATYCH MATERIAŁÓW ZE STOPU Co-Cr-Mo

Jan Piekarczyk*, Zbigniew Oksiuta**, Jan R. Dąbrowski**

*Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki,

Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków

**Wydział Mechaniczny,

Politechnika Białostocka, Białystok

Streszczenie

W pracy przedstawiono wyniki badań stałych sprężystości oraz właściwości wytrzymałości na ściskanie stopu Co-Cr-Mo otrzymanego metodą metalurgii proszków, po kolejnych etapach procesu technologicznego. Z uzyskanych danych wynika, że wraz ze zmianą etapów procesu technologicznego rośnie prędkość rozchodzenia się fal, a wraz z nią obliczone wartości modułów. Materiał o 9,14 % porowatości posiada niższe o około 25,35 %, w porównaniu z litym stopem, wartości stałych sprężystości E i G.

Słowa kluczowe: metalurgia proszków, badania ultradźwiękowe, stała sprężystości.

[Inżynieria Biomateriałów, 20, (2002), 6-12]

ULTRASONIC INVESTIGATIONS OF POROUS MATERIALS FROM CO-CR-MO ALLOY

Jan Piekarczyk*, Zbigniew Oksiuta**, Jan R. Dąbrowski**

*Faculty of Materials Science and Ceramics,

University of Mining and Metallurgy, Cracow

**Faculty of Mechanical Engineering,

Technical University, Białystok

Abstract

The results of ultrasonic investigation and mechanical properties of porous Co-Cr-Mo alloy after stages of PM process are presented. It has been shown that together with the changes of stages of porous materials process the ultrasonic wave propagation increase and calculated values of elasticity modules increase also. It was found, that the materials with porosity of 9,14 % showed lower elastic constants, E and G, in comparison to cast cobalt alloy.

Key words: powder metallurgy, ultrasonic testing, elastic modulus.

[Engineering of Biomaterials, 20, (2002), 6-12]

ZASTOSOWANIE SKOBLI W CHIRURGII URAZOWO - ORTOPEDYCZNEJ

Witold Bołtuć*, Ireneusz Kotela*, Andrzej Bryła, Jan Chłopek**

* Oddział Chirurgii Urazowo-Ortopedycznej i Rehabilitacji SP

ZOZ, Dąbrowa Tarnowska

** Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki,

Akademia Górniczo-Hutnicza, Kraków

Streszczenie

W pracy przedstawiono możliwości zastosowania skobli w ortopedii i chirurgii urazowej z uwzględnieniem materiałów, z których zostały wykonane.

Słowa kluczowe: chirurgia urazowo - ortopedyczna, klamra, zastosowanie

[Inżynieria Biomateriałów, 20, (2002), 12-15]

APPLICATION OF STA-PLES IN TRAUMATIC AND ORTHOPAEDIC SURGERY

Witold Bołtuć*, Ireneusz Kotela*, Andrzej Bryła*, Jan Chłopek**

* The Traumatic and Orthopaedic Surgery and Rehabilitation

Department

Health Care Center, Dąbrowa Tarnowska

** Faculty of Materials Science and Ceramics,

University of Mining and Metallurgy in Cracow

Abstract

The thesis presents the possibility of using staples in traumatic and orthopaedic surgery including the materials they are made of.

Key words: traumatic and orthopaedic surgery, staples

[Engineering of Biomaterials, 20, (2002), 12-15]

ANALIZA ŚREDNIEGO STOPNIA SZAROŚCI W PROCESIE BIODEGRADACJI WŁÓKNIN WĘGLOWYCH

Ewa Zembala - Nożyńska*, Jerzy Nożyński**, Daniel Sabat*, Krzysztof Dąbrowska*, Tadeusz Cieślak****, Zbigniew Szczurek*

* Katedra i Zakład Patomorfologii Śląska Akademia Medyczna, Zabrze

** Katedra i Zakład Farmakologii, Śląska Akademia Medyczna, Zabrze

*** Śląskie Centrum Chorób Serca, Zabrze

**** I Klinika Chirurgii Szczękowo-Twarzowej, Śląska Akademia Medyczna, Zabrze

Streszczenie

Wprowadzenie

Badania biomateriałów obejmują trzy główne kierunki: tolerancję tkankową, biogodność i biodegradację. Celem badania była ocena biodegradacji trzech rodzajów chemicznie modyfikowanej włókniny węglowej z użyciem średniego stopnia szarości jako obiektywnego wskaźnika procesu biodegradacji.

Materiał i metodyka

Wykorzystano fragmenty tkankowe pobrane od 48 królików, którym wykonano ubytki kostne o średnicy 6 mm w bocznej powierzchni żuchwy. Ubytki wypełniano: 1. włókniną węglową z grupami kwasowymi i zasadowymi na powierzchni, 2. włókniną węglową z grupami kwasowymi na powierzchni, 3. włókniną pokrytą pirowęgłem i zawierającą grupy zasadowe na powierzchni. Tkanki pobierano w 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24 i 52 tygodniu od wszczepienia. Średni stopień szarości mierzono w preparatach histologicznych wykorzystując system analizy obrazu (QUANTIMET 500+).

Wyniki

Największe zmiany średniego stopnia szarości wykazano w przypadku włókniny z grupami kwasowymi i zasadowymi (39% wzrost średniej szarości), następnie dla włókniny pokrytej pirowęgłem (9.7% spadek średniej szarości) zaś włóknina zawierająca grupy kwasowe na powierzchni wykazywała wzrost (około 13.5% wartości początkowych). Średni stopień szarości korelował znamienne dodatnio z czasem obserwacji.

Wnioski

1. Biodegradacja różnych rodzajów włókniny węglowej wskazuje wahania średniego stopnia szarości, zależy to od chemicznej modyfikacji jej powierzchni. 2. Włóknina węglowa z kwasowymi i zasadowymi grupami posiada najwyższy stopień biodegradacji.

Słowa kluczowe: biomateriały- węgiel - biodegradacja- średni stopień szarości

[Inżynieria Biomateriałów, 20, (2002), 15-21]

THE MEAN GREYNESS LEVEL ANALYSIS IN THE ASSESSMENT OF THE BIODEGRADATION PROCESS OF CARBON CLOTHS

Ewa Zembala - Nożyńska*, Jerzy Nożyński**, Daniel Sabat*, Krzysztof Dąbrówka*,
Tadeusz Cieślik****, Zbigniew Szczurek*

* Department of Pathology, Silesian Medical Academy, Zabrze,

** Department of Pharmacology, Silesian Medical Academy, Zabrze,

*** Silesian Centre for Heart Diseases, Zabrze,

**** I Clinic of Maxillo-Facial Surgery, Silesian Medical Academy, Zabrze

Abstract

Introduction

Biomaterial studies comprise three main aspects: the tissue tolerance and performance (biocompliance and biocompatibility), and biodegradation. The aim of the study was the assessment of the biodegradation of three kinds of chemically modified carbon cloth using mean greyness level as an objective factor of biodegradation process.

Material and Methods

In this study the tissue fragments were used, harvested from 48 rabbits after preparing the 6 mm diameter bone defects in lateral surface of the mandible. Bone defects were filled with: 1. carbon cloth with acidic and basic groups on the surface, 2. Carbon cloth with acidic groups on the surface, 3. carbon cloth coated with pyrocarbon, with basic groups on the surface. The tissue specimens were harvested at 1, 2, 3, 6, 9, 12, 24 and 52 week after the carbon cloth implantation. The mean grey level was measured on the histological slides using the image analysis system (QUANTIMET 500+).

Results

The highest changes of the mean grey level presented the cloth with basic and acidic groups (39% mean grey level increase), then carbon cloth coated with pyrocarbon (9.7% mean grey level decrease) but the carbon cloth with acidic groups showed the increase (circa 13.5% of the initial value). The mean grey level showed the positive significant correlation with the time of the observation.

Conclusion

1. The biodegradation of the various kinds of the carbon cloth shows the oscillations of the mean grey level, it depends of the chemical modifications of its surfaces. 2. The carbon cloth type I with the acidic and basic surface radicals possess the highest rate of the biodegradation.

Key words: biomaterials - carbon - biodegradation - mean grey level

[Engineering of Biomaterials, 20, (2002), 15-21]

STATYSTYCZNA ANALIZA PARAMETRÓW GEOMETRYCZNYCH WŁÓKNIN WĘGLOWYCH UŻYTYCH DO WYPEŁNIENIA UBYTKÓW TKANKI KOSTNEJ KRÓLIKÓW

Ewa Zembala - Nożyńska*, Jerzy Nożyński**, Daniel Sabat*, Krzysztof Dąbrówka*,
Tadeusz Cieślik****, Zbigniew Szczurek*

* Katedra i Zakład Patomorfologii, Śląskiej Akademii Medycznej, Zabrze

** Katedra i Zakład Farmakologii, Śląskiej Akademii Medycznej, Zabrze

*** Śląskie Centrum Chorób Serca, Zabrze

**** I Klinika Chirurgii Szczękowo-Twarzowej, Śląskiej Akademii Medycznej, Zabrze

Streszczenie

Celem badania było morfometryczne porównanie zmian wartości geometrycznych włókien węglowych takich jak wymiar najkrótszy, szerokość pasma/ obliczona szerokość, współczynnik wypełnienia przyjętych za wskaźniki procesu biodegradacji włókniyny

węglowej użytej jako wypełnienie doświadczalnie wykonanych kostnych ubytków żuchwy u królików. Wykorzystano 48 wycinków tkanek. Ubytki kostne o średnicy 6 mm wykonywano w podstawie żuchwy, po czym wypełniano je trzema rodzajami włókna węglowej:

1. włókniną węglową z grupami kwasowymi i zasadowymi na powierzchni,
2. włókniną węglową z grupami kwasowymi na powierzchni,
3. włókniną pokrytą pirowęgłem i zawierającą grupy zasadowe na powierzchni.

Parametry morfometryczne oceniano przy użyciu systemu analizy obrazu QUANTIMET 500 po czym przeprowadzono analizę statystyczną. Najwyższą dynamikę zmian parametrów morfometrycznych wykazywała włóknina typu I pokryta grupami zasadowymi wykazując spadek wymiaru najkrótszego o 70% wartości początkowej, obliczonej szerokości o 71% zaś wzrost współczynnika wypełnienia o 5,81%. Włóknina typu II wykazywała spadek wymiaru najkrótszego o 48% wartości początkowej, obliczonej szerokości włókien o 20%, i wzrost współczynnika wypełnienia o około 2,6%. Włóknina węglowa typu III wykazała spadek wymiaru najkrótszego i obliczonej szerokości o 58%, współczynnik wypełnienia wykazał wzrost o 7.3%. Należy wskazać, że pomiary dokonane w drugim tygodniu obserwacji nie ujawniały różnic pomiędzy grupami, z kolei pomiary dokonane w trzecim tygodniu obserwacji ujawniały najbardziej istotne różnice międzygrupowe.

Nasze wyniki wskazują na fakt zwiększenia odporności na biodegradację włókna węglowej poddanej modyfikacji chemicznej.

Słowa kluczowe: biomateriały - węgiel - biodegradacja – morfometria

[Inżynieria Biomateriałów, 20, (2002), 21-29]

STATISTICAL ANALYSIS OF GEOMETRICAL PARAMETERS OF CARBON CLOTHS USED FOR HARD TISSUE FILLING IN RABBIT

Ewa Zembala - Nożyńska*, Jerzy Nożyński**, Daniel Sabat*, Krzysztof Dąbrówka*,
Tadeusz Cieślak****, Zbigniew Szczurek*

* Department of Pathology, Silesian Medical Academy, Zabrze

** Department of Pharmacology, Silesian Medical Academy, Zabrze

*** Silesian Centre for Heart Diseases, Zabrze

**** I Clinic of Maxillo-Facial Surgery, Silesian Medical Academy, Zabrze

Abstract

aim of the work was the morphometric comparison of the geometric values as the shortest diameter, curve breadth, and fullness coefficient/ratio, as factors of the biodegradative processes of the carbon cloth (used as a filling of the experimental osseous lesions in the rabbits mandibles). The tissue fragments from 48 rabbits were used. The osseous lesions (6 mm diameter) were made at the mandible base, and then were filled with three kinds of the carbon cloth.

1. carbon cloth type I - with acidic and basic groups on the surface,
2. carbon cloth type II - (processed through oxygenation) with acidic groups on the surface,
3. carbon cloth type III - (coated with pyrocarbon) - with basic groups on the surface.

All parameters were measured with QUANTIMET 500 and the measurements were analysed statistically. The highest changes (dynamics) of the morphometric parameters presents the carbon cloth type I (basic cloth) (the 70% decrease of the shortest diameter during the observation, curve width- 71% decrease; fullness factor - 5.81% increase). The carbon cloth type II showed the decrease of the shortest diameter about 48%, curve width - decrease of 20%, fullness factor increased about 2.6%. The carbon cloth type III showed the decrease of the the shortest diameter about 58%, curve width - 56%, and the increase of the fullness ratio of 7.3% . It should be pointed out that the measurements from the 2nd week of the observation do not show the statistical significance between the groups, the most significant differences were shown at 3rd week . Our results point out, that the chemical modification of the cloth surface increases its durability.

Key words: biomaterial - carbon - biodegradation – morphometry
[Engineering of Biomaterials, 20, (2002), 21-29]