

## References

## Piśmiennictwo

- [1] A. R. Pelton, J. DiCello, S. Miyazaki. Optimisation of processing and properties of medical grade Nitinol wire. *Min Invas Ther & Allied Technol.* 9 (1) (2000) 107-118.
- [2] K. W. K. Yeung, K. M. Cheung, W. W. Lu, C. Y. Chung. Optimization of thermal treatment parameters to alter austenitic phase transition temperature of NiTi alloy for medical implant. *Mat. Sci. Eng. A383* (2004) 213-218.
- [3] A. Pelton, D. Stöckel, T. Duerig. Medical Uses of Nitinol. *Materials Science Forum* 327 (2000) 63-70.
- [4] T. W. Duerig, A. R. Pelton, D. Stöckel. The utility of superelasticity in medicine. *Bio-Med. Mat. Eng.*, 6 (1996) 255-266.
- [5] D. Stöckel. Nitinol medical devices and implants. *Min Invas Ther & Allied Technol.* 9 (2) (2000) 81-88.
- [6] J. Drugacz, Z. Lekston, H. Morawiec, K. Januszewski. Use of TiNiCo Shape Memory Clamps in the Surgical Treatment of Mandibular Fractures. *J. Oral Max. Surg.* 53 (1995) 665-701.
- [7] D. Stöckel, A. Melzer. The use of Ni-Ti alloys for surgical instruments. *Materials in Clinical Applications*, ed. by P. Vincenzini. Techna Srl. (1995) 791- 798.

- [8] T. G. Frank, W. Xu, A. Cuschieri. Shape memory applications in Minimal Access Surgery – The Dundee Experience. *Proc. of the Second Int. Conf. on Shape Memory and Superelastic Technologies*. Asilomar Conference Center, Pacific Grove , California, 1997, 509-514.
- [9] T. G. Frank, W. Xu, A. Cuschieri. Instruments based on shape-memory alloy properties for minimal access surgery, interventional radiology and flexible endoscopy. *Min Inv Ther & Allied Technol.* 9 (2) (2000) 89-98.
- [10] P. Wieneke, T. Lutze. Technologies for microendoscopes of the future: the MINOP project *Min Invas Ther & Allied Technol.* 7 (3) (1998) 233-239.
- [11] Z. Nawrat. „Brakujące ognisko pomiędzy robotami chirurgicznymi a narzędziami laparoskopowymi. Mechatroniczne narzędzia chirurgiczne Robin Heart Uni System”. Napędy i sterowanie. Miesięcznik Naukowo-Techniczny. Nr 3 (131), Rok XII (2010) 62-65.

## BADANIA POWIERZCHNI KLAMER NiTi UŻYTYCH W ZESPOLENIACH ZŁAMAŃ JARZMOWO-SZCZEKOWO- OCZODOŁOWYCH

**Z. LEKSTON<sup>1\*</sup>, B. ŁOSIEWICZ<sup>1</sup>, A. WINIARSKI<sup>2</sup>,**  
**M. JĘDRUSIK-PAWŁOWSKA<sup>3</sup>, M. KROMKA-SZYDEK<sup>4</sup>, K. MIERNIK<sup>5</sup>**

<sup>1</sup> UNIWERSYTET ŚLĄSKI, INSTYTUT NAUKI O MATERIAŁACH,  
UL. BANKOWA 12, 40-007 KATOWICE, POLSKA

<sup>2</sup> UNIWERSYTET ŚLĄSKI, INSTYTUT FIZYKI,  
UL. UNIWERSYTECKA 4, 40-007 KATOWICE, POLSKA

<sup>3</sup> ŚLĄSKI UNIWERSYTET MEDYCZNY, KLINIKA CHIRURGII CZASZ-  
KOWO-SZCZEKOWO-TWARZOWEJ, UL. FRANCUSKA 20/2, 40-027  
KATOWICE, POLSKA

<sup>4</sup> POLITECHNIKA KRAKOWSKA, INSTYTUT MECHANIKI STOSOWANEJ,  
UL. JANA PAWŁA II 37, 31-864 KRAKÓW, POLSKA

<sup>5</sup> POLITECHNIKA KRAKOWSKA, INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,  
UL. JANA PAWŁA II 37, 31-864 KRAKÓW, POLSKA

\* E-MAIL: ZDZISLAW.LEKSTON@US.EDU.PL

*[Inżynieria Biomateriałów, 96-98, (2010), 29-33]*

## Wprowadzenie

Wyroby medyczne ze stopów NiTi wykazujących zjawiska pamięci kształtu i supersprężystość są rozpowszechnione w wielu medycznych zastosowaniach, jako łyki ortodontyczne, klamry do osteosyntezy, stenty, narzędzia chirurgiczne i endodontyczne [1-3]. Implanty NiTi charakteryzują się dobrymi właściwościami mechanicznymi, wysoką odpornością korozyjną i biokompatybilnością [4-5]. Efekty pamięci kształtu i supersprężystość są związane z odwrotną, termospałą przemianą martenzytyczną pomiędzy wysokotemperaturową fazą macierzystą B2 i niskotemperaturową fazą martenzyczną B19' indukowaną termicznie lub naprężeniowo [6]. Klamry NiTi stosowane do wewnętrznego

## SURFACE STUDIES OF NiTi STAPLES USED IN ZYGOMATICO- MAXILLO-ORBITAL OSTEO- SYNTHESIS

**Z. LEKSTON<sup>1</sup>, B. ŁOSIEWICZ<sup>1</sup>, A. WINIARSKI<sup>2</sup>,**  
**M. JĘDRUSIK-PAWŁOWSKA<sup>3</sup>, M. KROMKA-SZYDEK<sup>4</sup>, K. MIERNIK<sup>5</sup>**

<sup>1</sup> UNIVERSITY OF SILESIA, INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE,  
12 BANKOWA STREET, 40-007 KATOWICE, POLAND

<sup>2</sup> UNIVERSITY OF SILESIA, INSTITUTE OF PHYSICS,  
4 UNIWERSYTECKA STREET, 40-007 KATOWICE, POLAND

<sup>3</sup> SILESIAN MEDICAL UNIVERSITY,  
DEPARTMENT OF SKULL AND MAXILLOFACIAL SURGERY,  
20/2 FRANCUSKA STREET, 40-027 KATOWICE, POLAND

<sup>4</sup> CRACOW UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,  
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING,  
37 JANA PAWŁA II STREET, 31-864 CRACOW, POLAND

<sup>5</sup> CRACOW UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,  
INSTITUTE OF MATERIALS ENGINEERING,  
37 JANA PAWŁA II STREET, 31-864 CRACOW, POLAND

\* E-MAIL: ZDZISLAW.LEKSTON@US.EDU.PL

*[Engineering of Biomaterials, 96-98, (2010), 29-33]*

## Introduction

Medical products of NiTi alloys showing phenomena of shape memory and superelasticity are widespread in many medical applications as orthodontic archwires, staples for osteosynthesis, stents, endodontic and surgical instruments [1-3]. The NiTi implants are characterized by good mechanical properties, high corrosion resistance and biocompatibility [4-5]. The shape memory effects and superelasticity are connected with a reversible, thermoelectric, martensitic transformation between the B2 high-temperature parent phase and the B19' low-temperature martensite phase

zespalania złamań kości w ortopedii i chirurgii szczękowo-twarzowej działają zwykle jako klamry pamięciowe aktywowane ciepłem ciała pacjenta. Do fiksacji złamań kostnych twarzoczaszki mogą być użyte klamry NiTi, które w temperaturze pokojowej wykazują własności supersprężyste [7].

Badane klamry NiTi wykonano w Instytucie Nauki o Materiałach Uniwersytetu Śląskiego i zastosowano do zespołów i stabilizacji złamań kości twarzy w badaniach klinicznych w Klinice Chirurgii Czaszkowo-Szczękowo-Twarzowej Śląskiego Uniwersytetu Medycznego w Katowicach.

Celem podjętych badań było scharakteryzowanie stanu powierzchni przed implantacją i po usunięciu ze środowiska tkankowego supersprężystych klamer NiTi zastosowanych w zespołach złamań jarzmowo-szczękowo-oczodołowych.

## Materiał i metody

W badaniach wykorzystano klamry NiTi użyte w zespołach złamań jarzmowo-szczękowo-oczodołowych wykonane z supersprężystego drutu NiTi SE-508 firmy Euroflex o średnicy 1,1 mm. Morfologię powierzchni próbki wyciętej z klamry wysterylizowanej w autoklawie przed implantacją użytej jako próbka odniesienia i w próbce z klamry eksplantowanej po dezynfekcji i sterylizacji tlenkiem etylenu obserwowano przy użyciu skaningowego mikroskopu elektronowego Jeol JSM-6480.

Badania odporności korozyjnej klamer NiTi przed i po implantacji przeprowadzono metodami elektrochemicznymi w odpowietrzonym roztworze Ringer'a (Solutio Ringeri, Fresenius Kabi) o pH z zakresu 6,59÷7,07 (pH-metr CP-101, Elmetron) w warunkach termostatowanych w temperaturze 37°C zgodnie z normą ASTM F2129-08. Badania prowadzono w trójelektrydowym naczynku elektrochemicznym o pojemności 250 ml. Elektrodę badaną stanowiła klamra NiTi. Przeciwelektrodę zastosowano w postaci siatki Pt o powierzchni 1 dm<sup>2</sup>. Wszystkie wartości mierzonych potencjałów wyznaczone zostały względem nasycionej elektrody kalomelowej (NEK) typu R-20 (Hydrometr). Pomiary potencjału obwodu otwartego ( $E_{\text{oo}}$ ) i potencjodynamiczną charakterystykę  $j=f(E)$  z szybkością polaryzacji  $v=1 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$  rejestrowano stosując zestaw Autolab/PGSTAT 12 firmy ECO CHEMIE sterowany komputerowo.

Badania składu chemicznego w warstwach powierzchniowych próbek przed i po implantacji wykonano przy użyciu wielofunkcyjnego Spektrometru Elektronów PHI5700/660 firmy Physical Electronics z monochromatorem kwarcowym w promieniowaniu Al<sub>Kα</sub> o energii 1486 eV.

## Wyniki badań i dyskusja

W badaniach wykorzystano klamry NiTi użyte w zespołach złamań jarzmowo-oczodołowych w stanie wysterylizowanym, przed implantacją oraz usunięte z miejsc implantacji po około 6 miesiącach, po radiologicznie potwierdzonym zroście kości. Poniżej, na modelu czaszki pokazano przykładowe zespolenie złamania jarzmowo-szczękowo-oczodołowego (RYS. 1) oraz zdjęcie radiologiczne twarzoczaszki wykonane po zespoleniu takiego złamania (RYS. 2) supersprężystymi klamrami NiTi *in vivo*.

Po około 6 miesiącach, po zroście kości, klamry usunięto z miejsc implantacji, odkażono w 0,5% wodnym roztworze dezynfekcyjnego preparatu Aniosyme DD1 firmy Anios i wysterylizowano w tlenku etylenu w komorze gazoszczelnej w temperaturze 37°C, przy wilgotności względnej 40-60%. Na kolejnych zdjęciach pokazano klamry przed implantacją i po ich usunięciu oraz zdjęcia mikroskopowe wybranych powierzchni klamer.

which can be thermally or by stress induced [6]. The NiTi staples applied to internal osteosynthesis in orthopedics and maxillofacial surgery operate usually as the shape memory staples activated by patient body heat. For fixation of craniofacial bone fractures, the NiTi staples that are superelastic at the room temperature can be used [7].

The investigated NiTi staples were produced at the Institute of Materials Science at the University of Silesia. They were applied to osteosynthesis of craniofacial bone fractures in the clinical experiments carried out by Department of Cranio-Maxillofacial Surgery of Medical University of Silesia in Katowice. The main goal of our studies was the NiTi staples surface state characteristics before implantation and after removing from tissue environment in osteosynthesis of zygomatico-maxillo-orbital fractures.

## Material and experiments

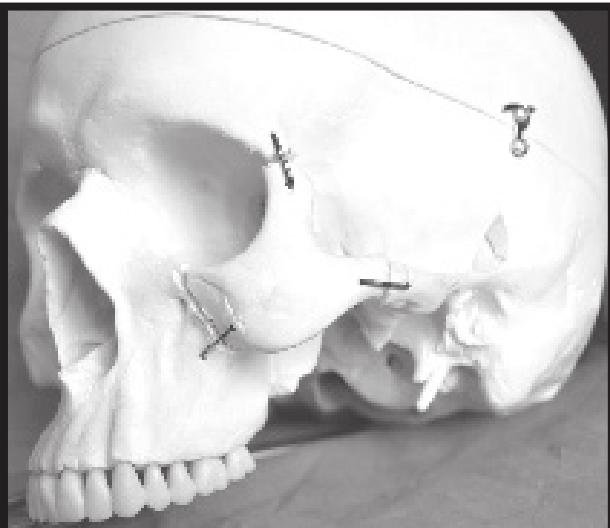
In zygomatico-maxillo-orbital fractures osteosynthesis studies, the staples obtained from superelastic NiTi SE-508 Euroflex wires with diameter 1.1 mm were used. The surface morphology of the sample cut out from the staple sterilized in autoclave before implantation that served as a reference sample, and samples from explanted staple after desinfection and sterilization in ethylene oxide, was observed using a scanning electron microscope (Jeol JSM-6480).

Corrosion resistance investigations of the NiTi staples before and after implantation were carried out in the deaerated Ringer solution (Solutio Ringeri, Fresenius Kabi) of pH ranging from 6.59 to 7.07 (CP-101 Elmetron pH-meter) under thermostated conditions at 37°C using electrochemical methods in accordance with ASTM F2129-08. The pH of the solution after electrochemical tests changed in the range of 9.30÷10.36. The measurements were conducted in a three-electrode electrochemical cell with a volume of 250 ml. The working electrode was the NiTi staple. The counter electrode was a Pt mesh (~1 dm<sup>2</sup>). All measured potentials are referred to the saturated calomel electrode (SCE) of the R-20 type (Hydrometr). The measurements of open circuit potential ( $E_{\text{OCP}}$ ) and potentiodynamic characteristics of  $j=f(E)$  at a sweep rate of  $v=1 \text{ mV} \cdot \text{s}^{-1}$  were realized by means of a computer-controlled Autolab/PGSTAT 12 (Eco Chemie). The chemical composition studies of the surface layers of the sample before and after implantation were performed with a Physical Electronics model PHI5700/660 multitechnique Electron Spectrometer equipped with the quartz monochromator, employing the X-ray Al<sub>Kα</sub> radiation with 1486 eV energy.

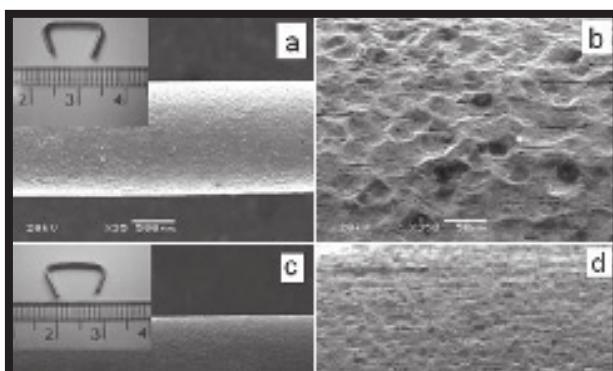
## Results and discussion

In the presented studies, the NiTi staples were utilized in osteosynthesis of zygomatico-maxillo-orbital fractures in the sterilized state before implantation, and staples removed from tissues after 6 months, when bone osteosyntesis was confirmed by X-ray. Below, on the skull model the exemplary joining of zygomatico-maxillo-orbital fracture is visible (FIG. 1). Beside, one can also see the X-ray photo of craniofacial fragment after fixation all the same fracture by superelastic NiTi staples *in vivo* is shown in FIG. 2.

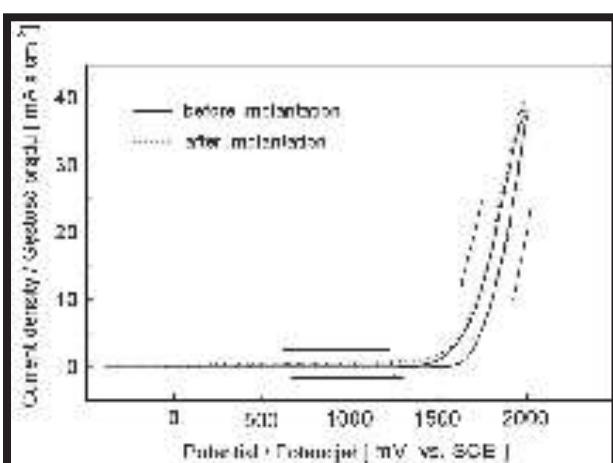
After about 6 months, when the bone was knited, the staple was removed from the implantation place and disinfected in aq 0.5% solution of the Aniosyme DD1 disinfecting preparation (Anios), and sterilized in a STERI-VAC5XL gaseous sterilizer using ethylene oxide at 55°C for 45 min.



RYS. 1. Zespolenie klamrami NiTi modelowego złamania jarzmowo-szczękowo-oczodołowego.  
FIG. 1. NiTi staples used in zygomatico-maxillo-orbital fracture joining on the skull model.



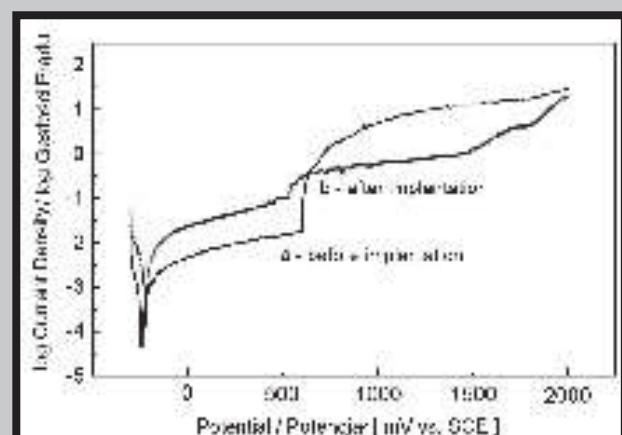
RYS. 3. Widok klamer oraz morfologia ich powierzchni przed implantacją (a, b) i po usunięciu z tkanek (c, d).  
FIG. 3. Picture of staples and their surface morphologies before implantation (a, b) and after removing from tissues (c, d).



RYS. 5. Potencjodynamiczne krzywe polaryzacji anodowej próbek NiTi przed i po implantacji.  
FIG. 5. Potentiodynamic curves of the anodic polarization for the NiTi alloy before and after implantation.



RYS. 2. Fragment rentgenogramu twarzoczaszki po zespoleniu złamania jarzmowo-szczękowo-oczodołowego klamrami NiTi.  
FIG. 2. Fragment of craniofacial radiogram after NiTi staples fixation of zygomatico-maxillo-orbital fracture.



RYS. 4. Krzywe potencjodynamiczne  $j=f(E)$  w skali półlogarytmicznej dla stopu NiTi przed (a) i po implantacji (b).  
FIG. 4. Potentiodynamic curves of  $j=f(E)$  in the semi-logarithmic scale for the NiTi alloy before (a) and after implantation (b).

In FIG. 3, pictures of the staples before implantation and after their removing as well as microphotographs of the chosen staples surfaces, are presented.

Smoother surface that is visible in the microphotograph of the sample cut out from the explanted staple in comparison with the sample surface before implantation at magn. 350x testifies to the proceeding oxidation process of the surface during implantation under the influence of body fluid in the tissue environment.

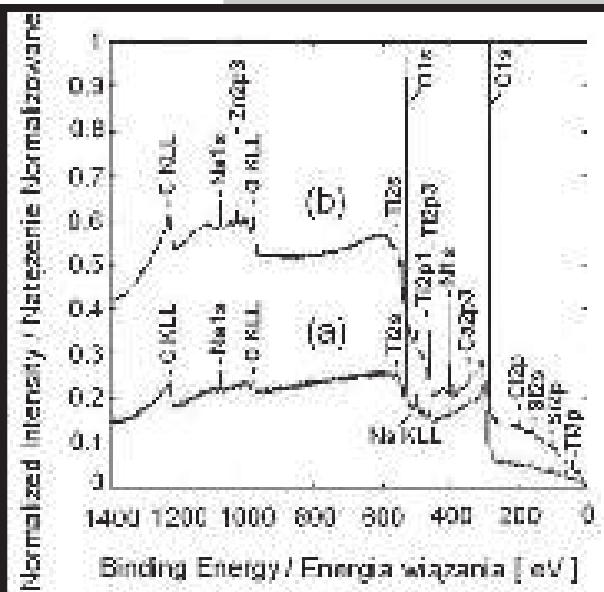
Electrochemical investigations encompassed the open circuit potential measurement and the potentiodynamic characteristics of the material, which were the base for determination of the corrosion resistance parameters.

Bardziej gładka powierzchnia na mikrofotografii próbki wyciętej z klamry eksplantowanej w porównaniu z powierzchnią próbki przed implantacją widoczna przy powiększeniu 350x świadczy o zachodzącym w czasie implantacji procesie utleniania powierzchni pod wpływem oddziaływanego płynów ustrojowych w środowisku tkankowym.

Pomiary elektrochemiczne obejmowały pomiar potencjału obwodu otwartego i potencjodynamiczną charakterystykę materiału badań oraz wyznaczenie na ich podstawie parametrów odporności korozyjnej. Cechą charakterystyczną metody potencjału obwodu otwartego jest pomiar różnicy potencjałów bez przykładania potencjału do układu zewnętrznego. Na tej podstawie określano szybkość stabilizacji wartości potencjału pomiędzy elektrodą odniesienia a elektrodą badaną. Materiał, który charakteryzuje się bardziej dodatnią wartością ustabilizowanego potencjału obwodu otwartego powinien charakteryzować się większą odpornością korozyjną w badanym środowisku korozyjnym. Wartość ustabilizowanego potencjału obwodu otwartego wykorzystano jako orientacyjną wartość potencjału korozyjnego. Ocena odporności korozyjnej badanych klamer NiTi przeprowadzona w oparciu o wyniki badań elektrochemicznych wykazała nieznaczową różnicę w wartościach potencjału obwodu otwartego dla próbki przed ( $E_{\text{oo}}=-245 \pm 10$  mV) i po ( $E_{\text{oo}}=-298 \pm 17$  mV) implantacji, która może wynikać z przygotowania powierzchni próbek do badań. Dzięki pomiarowi odpowiedzi elektrody badanej w postaci gęstości prądu w funkcji narastającego potencjału otrzymano także wykres  $j=f(E)$  w skali półlogarytmicznej (RYS. 4). Uzyskana wartość  $E_{\text{kor}}$  wskazuje, kiedy rozpoczną się procesy korozyjne na badanym materiale. W przypadku próbki po implantacji stwierdzono przesunięcie wartości potencjału korozyjnego w kierunku potencjałów katodowych ( $E_{\text{kor}}=-318 \pm 18$  mV) w porównaniu z wartością  $E_{\text{kor}}=-239 \pm 20$  mV uzyskaną dla próbki przed implantacją. Odpowiadająca potencjałowi korozyjnemu wartość gęstości prądu korozyjnego ( $j_{\text{cor}}$ ) rzędu  $\text{nA} \cdot \text{cm}^{-2}$  jest wprost proporcjonalna do szybkości zachodzących procesów korozyjnych, lecz nie może być brana pod uwagę jako miara szybkości procesów korozyjnych. Znaczny wzrost gęstości prądowej zaobserwowano od wartości  $E=603$  mV w przypadku próbki przed implantacją i  $E=440$  mV dla próbki po implantacji.

W przypadku próbki po implantacji stwierdzono także przesunięcie wartości potencjału korozyjnego w kierunku potencjałów katodowych ( $E_{\text{kor}}=-318 \pm 18$  mV) w porównaniu z wartością  $E_{\text{kor}}=-239 \pm 20$  mV uzyskaną dla próbki przed implantacją. Wartości potencjału korozyjnego nie wpłynęły na wyznaczone wartości potencjału przebiecia ( $E_{\text{pb}}$ ) warstwy pasywnej (RYS. 5).

Na krzywych polaryzacji anodowej w obydwu przypadkach obserwuje się zachowanie typowe dla powierzchni pasywowych, z szerokim plateau w zakresie potencjałów od -400 mV do 1200 mV. Widoczne są również wysokie wartości potencjału przebiecia, zarówno dla próbki w stanie wyjściowym ( $E_{\text{pb}}=1978 \pm 6$  mV), jak i po implantacji ( $E_{\text{pb}}=1976 \pm 8$  mV) (RYS. 5) świadczące o wysokiej odporności korozyjnej badanych klamer. Gwałtowny spadek gęstości prądu anodowego po zmianie kierunku polaryzacji świadczy o słabej korozji wżerowej i repasywacji powierzchni.



RYS. 6. Widma przeglądowe XPS klamry przed implantacją (a) oraz po implantacji (b).

FIG. 6. XPS survey spectra of NiTi staple surfaces before (a) and after implantation (b).

A characteristic feature of the open circuit potential method is a difference measurement of the potentials without applying an external potential in the system. On this background the stabilization rate of the potential value between the reference and working electrode was registered. The material characterized by more positive value of the stabilized open circuit potential should be typified by higher corrosion resistance in a tested corrosive medium. The stabilized open circuit potential value served as an approximate corrosion potential value. The corrosion resistance evaluation of the tested NiTi staples was carried

out based on the electrochemical results and it revealed an insignificant difference in the values of open circuit potential for the sample before ( $E_{\text{OCP}}=-245 \pm 10$  mV) and after ( $E_{\text{OCP}}=-298 \pm 17$  mV) implantation. Such a difference can result from the preparation of the sample surface for investigations. Thanks owing to the fact that a response of the working electrode was measured in a form of a current density as a function of the rising potential, the  $j=f(E)$  curve in the semi-logarithmic scale was also obtained (FIG. 4). The obtained  $E_{\text{cor}}$  value points when corrosive processes start at the tested material. In the case of the sample after implantation it was ascertained that the corrosion potential value is shifted towards cathodic potentials ( $E_{\text{cor}}=-318 \pm 18$  mV) as compared to the value of  $E_{\text{cor}}=-239 \pm 20$  mV determined for the sample before implantation. The related to the corrosion potential value – corrosion current density ( $j_{\text{cor}}$ ) of order of magnitude in  $\text{nA} \cdot \text{cm}^{-2}$  is directly proportional to the rate of proceeded corrosive processes, but it cannot be taken into account as a measure of these processes. A significant increase in the anodic current density was observed at a value of  $E=603$  mV and  $E=440$  mV in the case of the sample before and after implantation, respectively. It can be stated that the values of the corrosion potential had no effect on the values of breakdown potential of the passive layer ( $E_{\text{bd}}$ ) determined in the potentiodynamic measurements (FIG. 5). In the curves of anodic polarization in both cases a typical behavior for the passive surface is observed with a wide plateau in the range of potentials from -400 mV to 1200 mV. The high values of the breakdown potentials are also observed for both the sample before ( $E_{\text{bd}}=1978 \pm 6$  mV) and after ( $E_{\text{bd}}=1976 \pm 8$  mV) implantation what indicates their high corrosion resistance. A violent drop of the anodic current density after a change in the polarization direction proves the weak pitting and repassivation of the surface.

The survey XPS spectra from chemical composition investigation of the surface for samples cut out from passivated and autoclaved staple before implantation, and the sample from explanted staple, oxidized in the organism are shown in FIG. 6. Additional spectra lines (FIG. 6b), for example Cl, Ca, N, Na, K, Zn probably come from elements of substances present in the tissue environment of implants.

Widma przeglądowe XPS z badań składu chemicznego powierzchni próbki wyciętej z pasywowanej i sterylizowanej klamry przed implantacją i próbki z klamry eksplantowanej, utlenionej w organizmie pokazano na RYSUNKU 6. Dodatkowe linie spektralne (rys.6b) np. Cl, Ca, N, Na, K, Zn, pochodzą prawdopodobnie od pierwiastków wchodzących w skład związków chemicznych tworzących środowisko tkankowe implantu.

## Podsumowanie

Przeprowadzone, wstępne badania powierzchni klamer użytych w klinicznych badaniach w zespołach złamań jarzmowo-oczodołowych nie wykazały istotnych różnic w morfologii powierzchni i w składzie chemicznym warstw powierzchniowych. Bardziej wygładzona powierzchnia próbek po implantacji wynika z dodatkowej pasywacji powierzchni implantu pod wpływem środowiska tkankowego. Na podstawie przeprowadzonych badań elektrochemicznych stwierdzono, że badane próbki wycięte z klamer przed i po implantacji wykazują wysoką odporność korozyjną. Zarejestrowano wysokie potencjały przebiecia zarówno dla próbki w stanie wyjściowym ( $E_{pb}=1978\pm6$  mV), jak i po implantacji ( $E_{pb}=1976\pm8$  mV). Na podstawie badań XPS nie stwierdzono istotnych zmian w składzie chemicznym warstw powierzchniowych próbek wyciętych z klamry pasywowanej i sterylizowanej w autoklawie oraz wyciętych z usuniętej z tkanek klamry poddanej odkażaniu i sterylizacji tlenkiem etylenu. Na spektrogramach powierzchni próbek klamry eksplantowanej stwierdzono obecność dodatkowych, bardzo słabych linii spektralnych od pierwiastków występujących w związkach chemicznych wchodzących w skład środowiska tkankowego implantu. Brak linii spektralnych od niklu świadczy o właściwie spasywowanej powierzchni implantów i możliwości ich bezpiecznego stosowania. W okresie implantacji nie stwierdzono również żadnych niepożądanych reakcji organizmu na wszczeplone implanty.

## Summary

The performed preliminary investigationss of the staples surface used in the clinical tests in osteosynthesis of zygomatico-maxillo-orbital fractures did not show any significant difference in surface morphology and chemical composition of the surface layers before and after implantation. Smoother surface of the samples after implantation resulted from the additional passivation of the implant surface under the influence of tissue environment. On the basis of the carried out electrochemical investigations it was ascertained that the tested samples cut out from the staples before and after implantation show high corrosion resistance. The high breakdown potentials were registered for the sample in the initial state ( $E_{bd}=1978\pm6$  mV) as well as after implantation ( $E_{bd}=1976\pm8$  mV). Based on the XPS measurements no significant change in the chemical composition of the surface layers was found for the samples cut out from the passivated and sterilized in autoclave staple, and from the staple removed from the tissues being disinfected and sterilized with ethylene oxide. The spectrogram of the sample surface for the explanted staple revealed the presence of the additional very weak spectral lines of elements contained in compounds that formed the tissue environment of the implant. A lack of the spectral lines of nickel confirmed that the surface of tested implants was properly passivated as well as a possibility of safe applications of the implants. It was also ascertained that during implantation no undesirable organism reaction for the implanted NiTi stamptles took place.

## Piśmiennictwo

- [1] L. G. Machado, M. A. Savi., Medical applications of shape memory alloys. Brazilian Journal of Medical and Biological Research 36 (2003) 683-691.
- [2] J. Drugacz, Z. Lekston, H. Morawiec, K. Januszewski., Use of TiNiCo Shape Memory Clamps in the Surgical Treatment of Mandibular Fractures. J. Oral Maxillofacial Surgery 53 (1995) 665-701.
- [3] Z. Laster, A. D. MacBean, P. R. Ayliffe, L. C. Nawlands., Fixation of a frontozygomatic Fracture with a shape-memory staple. Brit. J. of Oral and Maxillofac. Surg. 39 (2001) 324-325.
- [4] S. A. Shabalovskaya., Surface corrosion and biocompatibility aspects of Nitinol as an implant material. Biomed. Mater. Eng. 12 (2002) 69-109.

## References

- [5] P. Filip, J. Lausmma, J. Musialek, K. Mazanec. Structure and surface of NiTi human implants. Biomaterials 22 (2001) 2131-2138.
- [6] K. Otsuka., X. Ren. Physical metallurgy of Ti-Ni-based shape memory alloys. Progr. Mat. Sci. 50 (2005) 511-678.
- [7] Z. Lekston, M. Jędrusik-Pawlowska, T. Cieślik, J. Drugacz. Superelastic NiTi Staples for Fixation of Face Bone Fractures. Engineering of Biomaterials. No. 89-91, vol. XII (2009) 42-46.