

# CARACTERIZAÇÃO DE RESÍDUOS PARTICULADOS RESULTANTES DE ENSAIOS DE “FRETING-CORROSION” EM IMPLANTES CIRÚRGICOS<sup>1</sup>

*Iêda Maria Vieira Caminha<sup>2</sup>*  
*Cássio Barbosa<sup>2</sup>*  
*Ibrahim de Cerqueira Abud<sup>2</sup>*  
*Jôneo Lopes do Nascimento<sup>3</sup>*  
*Tatiana Silva Barros<sup>2</sup>*

## Resumo

O uso de próteses modulares para artroplastia total de quadril apresenta muitas vantagens, porém as interfaces modulares são submetidas a micromovimentos que podem resultar em atrito e em corrosão por atrito, considerando os fluidos corpóreos. A liberação de produtos de corrosão e de resíduos particulados pode estimular reações biológicas adversas, assim como conduzir a desgaste acelerado na interface de articulação. Deste modo os métodos para avaliar a estabilidade mecânica e a resistência à corrosão por atrito das interfaces modulares são essenciais. Técnicas como microscopia ótica, microscopia eletrônica de varredura (MEV), ensaios de *fretting-corrosion* e fluorescência de raios X foram utilizadas para caracterizar resíduos particulados resultantes de ensaios de *fretting-corrosion* em implantes cirúrgicos. Os resultados obtidos neste estudo permitiram a caracterização da morfologia e demais características dos resíduos gerados por *fretting-corrosion* em implantes cirúrgicos, como a composição química dos resíduos. Resultados experimentais preliminares indicam que os resíduos são oriundos do contato da cabeça da prótese com a solução salina: corrosão preferencial no interior da cabeça.

**Palavras-chave:** *Fretting-corrosion*; Implantes; Microscopia.

## CHARACTERIZATION OF PARTICULATE RESIDUES RESULTING FROM FRETING CORROSION TESTS ON SURGICAL IMPLANTS

### Abstract

The use of modular prostheses for total hip arthroplasty presents many advantages, but they are subjected to micromovements which can result in fretting and fretting-corrosion, due to the body fluids. The release of corrosion products and particulate residues can stimulate adverse biological reactions and lead to rapid wear in the articulated interface. Therefore methods for evaluating mechanical stability and fretting corrosion resistance in the modular interfaces are essential. Techniques such as optical microscopy, scanning electron microscopy (SEM), fretting corrosion tests and X ray fluorescence were used to characterize particulate residues resulting from fretting corrosion tests in surgical implants. The results thus obtained allowed the characterization of the morphology and other characteristics of particulate residues generated by fretting corrosion in surgical implants, such as the chemical composition of the residues. Preliminary results indicate that these residues are originated in the contact between the prosthesis head and the saline solution: preferential corrosion inside the head.

**Keywords:** *Fretting-corrosion*; Implants; Microscopy.

<sup>1</sup> *Contribuição técnica ao 67º Congresso ABM - Internacional, 31 de julho a 3 de agosto de 2012, Rio de Janeiro, RJ, Brasil.*

<sup>2</sup> *Tecnologista, Instituto Nacional de Tecnologia (INT), Avenida Venezuela, 82, sala 626, Rio de Janeiro, CEP 20.081-312, cassio.barbosa@int.gov.br*

<sup>3</sup> *Professor assistente, Centro Federal de Educação Tecnológica – RJ (CEFET-RJ), Unidade Itaguaí Rodovia Mário Covas, lote J2, quadra J, Itaguaí, RJ, CEP: 23810-000.*

## 1 INTRODUÇÃO

O aumento da expectativa de vida nas últimas décadas e do risco de fraturas de ossos e outros problemas decorrentes da maior exposição dos indivíduos a situações de risco têm levado a um considerável aumento na demanda de implantes ortopédicos de alto desempenho, capazes de resistir a cargas cada vez mais severas por tempos cada vez mais longos. Por esta razão, materiais metálicos, desenvolvidos para aplicações em implantes ortopédicos, devem apresentar propriedades específicas, como biocompatibilidade, resistência mecânica e resistência à degradação (por desgaste ou corrosão). Apesar do aumento do uso de titânio e suas ligas nas últimas décadas, no Brasil o aço inoxidável austenítico, definido pela norma ASTM F 138,<sup>(1)</sup> é ainda muito usado na fabricação de componentes modulares para a artroplastia total de quadril, devido ao seu menor custo, conjuntamente com boas propriedades mecânicas, e resistência à corrosão satisfatória, já que o principal consumidor é o Ministério da Saúde, que os repassa para os hospitais públicos brasileiros. Em alguns casos é usado conjuntamente com componentes de ligas de titânio. O uso de componentes modulares na artroplastia total de quadril apresenta várias vantagens, como a grande variedade de geometria da haste, permitindo melhor escolha do componente modular pelo cirurgião, de acordo com o problema específico do paciente, minimizando assim o risco de procedimentos inadequados.<sup>(2,3)</sup>

Entretanto, as interfaces modulares são submetidas a micromovimentos, que podem resultar em atrito e corrosão, levando à liberação de fragmentos (*debris*) que podem causar reações adversas e desgaste acelerado na interface. Este fenômeno de desgaste (*fretting*) ocorre quando dos sólidos em contato são submetidos a um movimento tangencial oscilatório com pequena amplitude de deslocamento. Pode ser descrito mais precisamente como um movimento cuja amplitude é menor do que a própria abrangência do contato. A existência de um ambiente corrosivo contribui para a rapidez do processo de desgaste e esta condição é conhecida como *fretting-corrosion*. A ocorrência de corrosão resulta em processos de degradação que reduzem a integridade do implante e libera produtos que podem ser nocivos ao entrarem em contato com tecidos orgânicos.

Quando as próteses são fabricadas em aço inoxidável ASTM F 138, a formação de uma camada de óxido passiva na superfície é o principal obstáculo ao processo de corrosão.

De acordo com a literatura,<sup>(4,5)</sup> os resíduos resultantes da corrosão dos implantes fabricados com aço inoxidável estão associados com reações que podem acarretar necrose no tecido, inflamações, reações alérgicas e até mesmo câncer.

O titânio é considerado um material mais biocompatível apresenta boa integração com os ossos, não causando reações alérgicas, como as que são acarretadas pela presença de níquel e cromo nos aços inoxidáveis, mas algumas fontes relatam o surgimento de fragmentos liberados por desgaste associado ao atrito (*fretting*). Estes fragmentos podem causar problemas, não só aumentando o desgaste abrasivo, mas também provocando reações adversas nos tecidos adjacentes.<sup>(6,7)</sup>

O objetivo do presente trabalho é avaliar o processo de “*fretting corrosion*” em próteses modulares fabricadas com duas configurações distintas no que se refere ao uso de materiais metálicos: um grupo de amostras com cabeça de aço inoxidável do tipo ASTM F 138 e haste de liga Ti-Al-V e outro grupo de amostras com cabeça e haste de aço inoxidável do mesmo tipo, de modo a entender o fenômeno e minimizar reações adversas durante a permanência da prótese no paciente.

## 2 MATERIAIS E METODOLOGIA

Neste trabalho cinco prótese modulares, compostas por cabeças e hastes, de cada grupo (Inox-Inox e Inox-Ti) foram analisadas. Um estereomicroscópio foi utilizado para comparar as superfícies dos componentes modulares antes e após os ensaios de corrosão. Na Figura 1 podem ser observadas, como recebidas, amostras representativas.

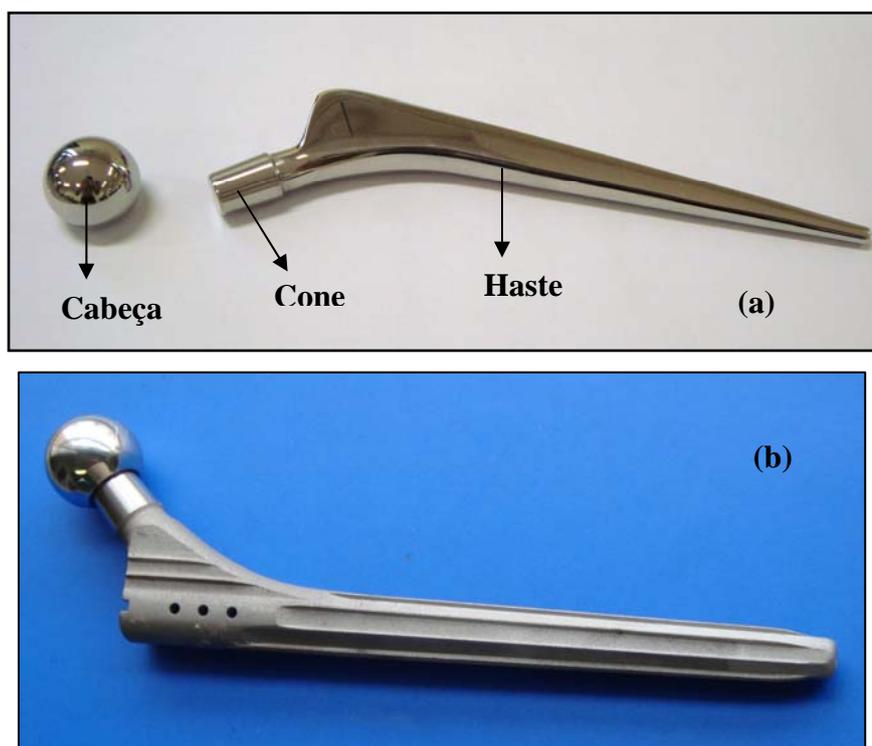


Figura 1 – Amostras recebidas – (a): Inox-Inox; (b): Inox-Ti.

Os ensaios de *fretting corrosion* na interface entre a cabeça e o cone da haste foram realizados de acordo com o método I da norma ASTM F 1875, que prescreve uma solução salina com 0,9% NaCl, simulando assim condições *in vivo*, já que no organismo do paciente estes componentes estão em contato com fluidos corpóreos. Com o objetivo de analisar tanto a resistência à fadiga quanto a estabilidade mecânica dos componentes modulares foram adotados os procedimentos experimentais descritos nas normas ASTM F 1440<sup>(8)</sup> e ISO 7206-4.<sup>(9)</sup>

Estes ensaios foram realizados em máquinas de ensaios mecânicos universais com capacidade de 25 kN, seguindo as seguintes características, descritas na norma ASTM F 1875:<sup>(10)</sup>

- Carga máxima: 3,3 kN; frequência: 5 Hz; número de ciclos: 10 milhões; erro da carga aplicada inferior a 1% da carga máxima; controle de função (senoidal) da carga cíclica; monitoramento do deslocamento vertical da cabeça da prótese e registro da contagem de ciclos; operação computadorizado; equipamento para recirculação e aquecimento da solução e ensaio com controle de temperatura no intervalo 37°C±1°C.

Antes de iniciar o ensaio, cada componente modular composto por cabeça e haste foi preparado segundo o seguinte procedimento: montagem do componente modular e verificação dos ajustes; colocação do componente modular em um dispositivo que permita o alinhamento dos ângulos mencionados na norma em relação à direção do carregamento; secagem do componente montado; introdução de uma câmera ambiental junto com um recipiente metálico com a prótese montada; introdução da solução salina (0,9% NaCl em água destilada) na câmera ambiental; inicialização da bomba para recirculação e aquecimento da solução de ensaio; ajuste da montagem completa na máquina de ensaios (Figura 2).



Figura 2 – Montagem na máquina ensaios.

A máquina foi programada para aplicação da carga no centro da cabeça da prótese, com valor mínimo de 0,3 kN e máximo de 3,3 kN, com frequência senoidal de 5 Hz, de acordo com as condições especificações na norma ASTM F 1875.<sup>(10)</sup> Os requisitos de carga máxima estão especificados na norma ISO 7206-4-2010.<sup>(9)</sup>

Uma condição limite foi estabelecida automaticamente para parar a máquina: um deslocamento vertical de 5 mm. Se este valor não for atingido, o ensaio é finalizado após completar 10 milhões de ciclos de carregamento e descarregamento. Os parâmetros de colocação da amostra seguem os requisitos da norma ASTM F 1440.<sup>(8)</sup>

As análises de difração de raios X foram realizadas nas seguintes condições: material do anodo: Cu K $\alpha$ , ângulo entre 10° e 100°, passo de 0,05°, tempo de passo: 1 s, tamanho de fenda receptora: 0,03 mm, corrente : 40 mA, voltagem: 40 kV.

Os resíduos particulados gerados durante os ensaios de fretting corrosion foram caracterizados por fluorescência de raios X, microscopia ótica (MO), microscopia eletrônica de varredura (MEV: operado a 20 kV). No caso de MEV apenas os resíduos do grupo Inox-Ti puderam ser avaliados, já que os do outro grupo (Inox-Inox) ficaram muito oxidados, prejudicando a observação em MEV. Os resíduos foram filtrados da solução salina após o ensaio e então analisados.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

As imagens das superfícies da prótese modular (cabeça e cone), obtidas por microscopia ótica, não revelaram a presença de defeitos superficiais, como trincas e outros tipos de discontinuidades, introduzidos por processos de fabricação, que pudessem influenciar os resultados deste ensaio. Nas Figuras 3 e 4 são apresentados os aspectos gerais destas superfícies, antes e após a realização dos ensaios. As outras próteses apresentam aspectos similares. Após 1 milhão de ciclos com taxas crescentes verifica-se intenso ataque corrosivo na cabeça e no cone, com a liberação de produtos de corrosão, que resultou em perda de massa na

conexão cabeça-cone. Até 1 milhão de ciclos não foram observados produtos de corrosão nem resíduos particulados, mas após esse período a degradação do componente modular foi crescente e localizada na interface cabeça-cone, como pode ser visto com detalhe na Figura 5. A perda de massa, observada na solução salina, acarretou a introdução deste eletrólito no interior da cabeça, aumentando a intensidade dos micromovimentos previstos, causando um desgaste por atrito acelerado, com arrancamento de fragmentos, conforme pode ser observado na figura 6. Nenhum tipo de trinca nem falha mecânica foi verificado nas cinco próteses analisadas de cada grupo, indicando que a estabilidade mecânica foi preservada ao longo do ensaio.

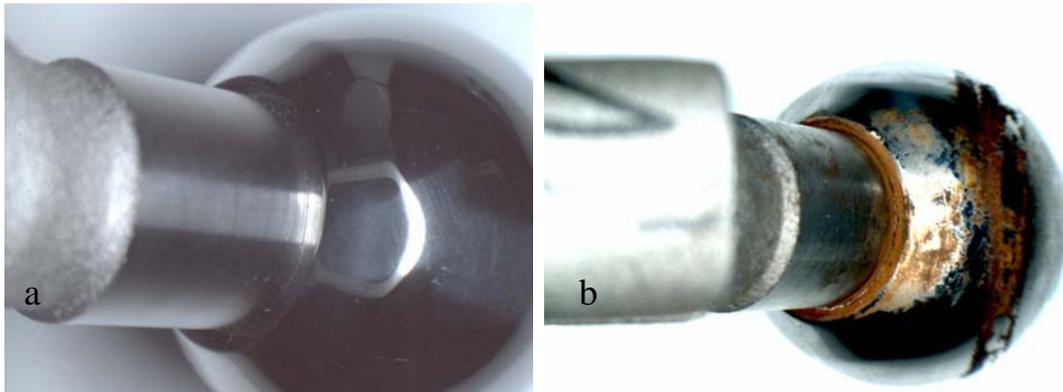


Figura 3 – Aspecto da cabeça da prótese: a-b: Inox-Ti.

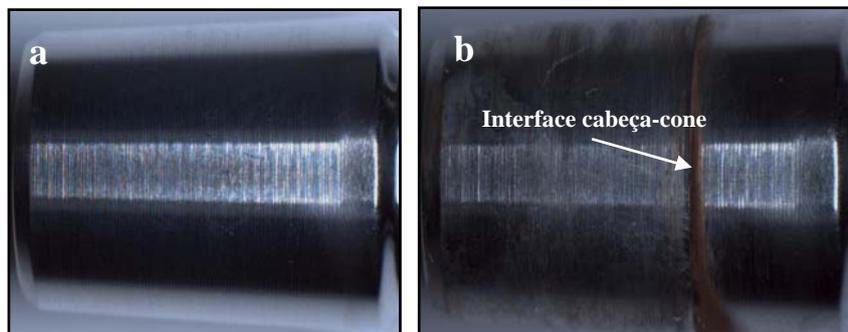


Figura 4 – Aspecto do cone da prótese: a-b: Inox-Inox.

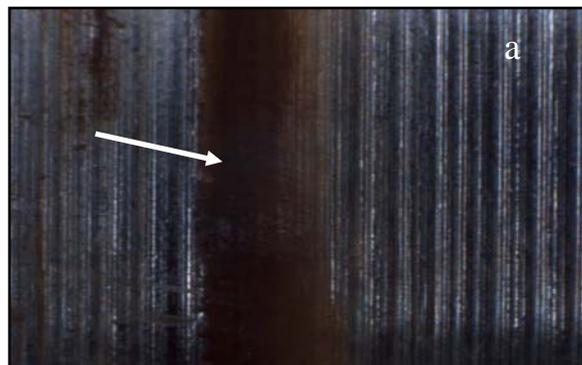
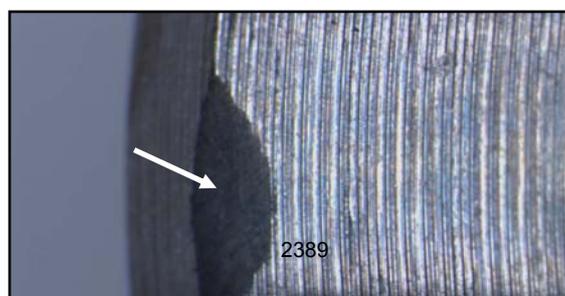
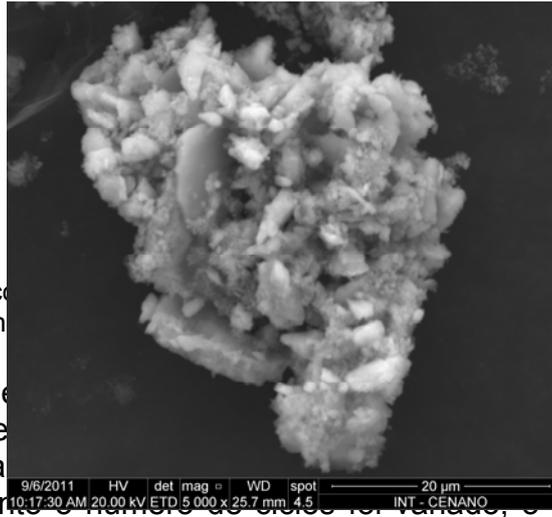


Figura 5 – Detalhe do aspecto do cone: a – Inox-Inox.





**Figura 6** – Superfície do corpo de prova após 10 milhões de ciclos de fadiga em ambiente simulado. Os fragmentos: a – Imagem:

Após 10 milhões de ciclos de fadiga, os fragmentos particulados foram quantificados, resultando em uma distribuição de tamanho. Na literatura existe apenas uma menção à caracterização dos produtos de fretting-corrosion, mas naquele experimento não foram realizados análises químicas, o que é necessário para compreender os mecanismos de fretting-corrosion, porém impede qualquer tipo de comparação com os resultados apresentados neste trabalho. A caracterização dos produtos de corrosão e fragmentos particulados por análises de raios X é também muito importante, de modo a identificar as fases e o tipo de partículas metálicas que foram liberadas, com o objetivo de posteriormente minimizar a incidência de afrouxamento asséptico, osteólise periprotética e metalose ou outras reações adversas que levem à falha prematura de próteses de quadril. nas cirurgias de atroplastia total de quadril. No caso do grupo Inox-Inox partículas avermelhadas foram depositadas no fundo da célula de ensaio, mas este fato não foi observado no caso do grupo de amostras Inox-Ti .

No presente trabalho não pôde ser concluída uma caracterização completa dos produtos de fretting-corrosion, mas foi possível verificar que estas partículas apresentam predominantemente formato elipsoidal irregular com distribuição de tamanho aproximadamente uniforme, cujo maior diâmetro atingiu cerca de 500 µm.

A observação das amostras do grupo Inox-Ti no MEV com EDS mostrou a morfologia e a composição química qualitativa dos fragmentos liberados como consequência do processo de fretting-corrosion da prótese em ambiente simulado. A Figura 9 apresenta um fragmento (Figura 7) e sua composição química por EDS (espectroscopia de energia dispersiva de raios X: Figura 8): apenas elementos encontrados no aço inoxidável, como cromo, níquel e molibdênio. Outro fragmento é apresentado na Figura 10: uma morfologia mais suave (Figura 9) e a análise por EDS Figura 10) mostrando a presença de vanádio, provavelmente originário da liga de titânio (Ti-6Al-V) utilizada na fabricação da haste. A literatura relata a liberação de fragmentos de ligas de titânio como consequência de atrito e corrosão em implantes.<sup>(10-11)</sup>

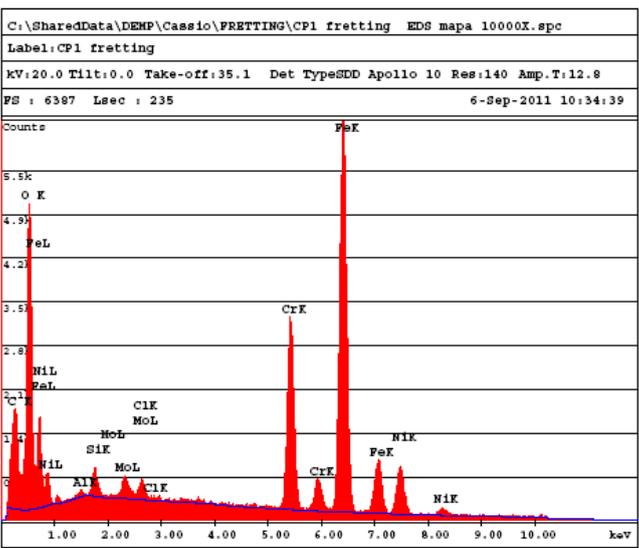


Figura 7 – Imagem ( com cabeça de aço ir

5s o ensaio da prótese

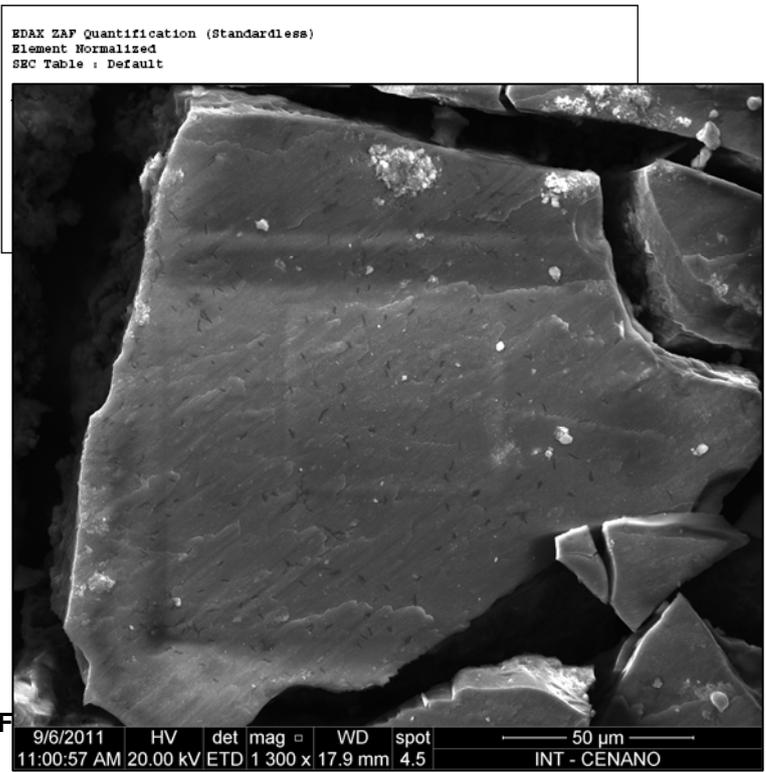
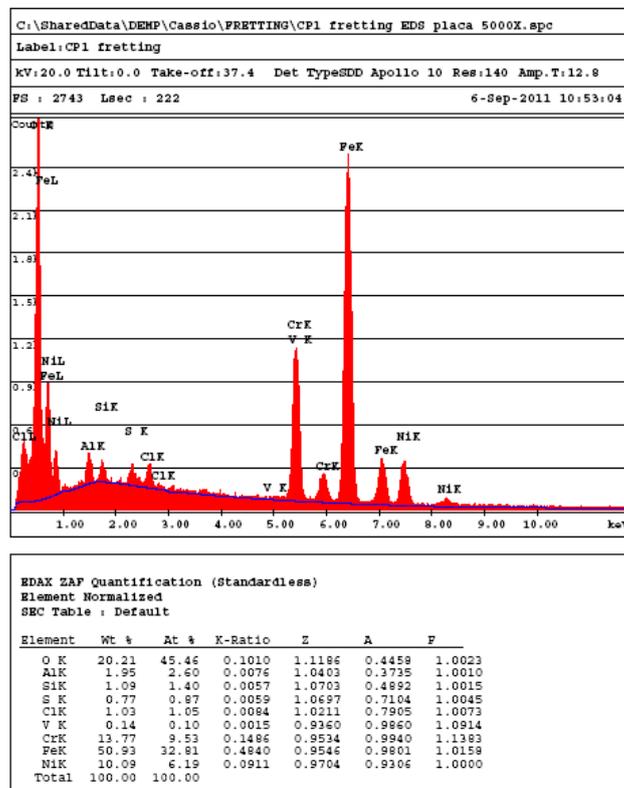


Figura 9 – Imagem (MEV) mostrando o aspecto dos fragmentos maiores liberados após ensaio da prótese de quadril com cabeça de aço inoxidável e haste de titânio.



Fig

ira 9.

#### 4 CONCLUSÃO

A avaliação do fenômeno de fretting-corrosion nas interfaces cabeça-cone das cinco próteses modulares de quadril fabricadas com aço inoxidável e também conexão aço inoxidável-liga de titânio levou às seguintes conclusões:

- foi observado um significativo grau de corrosão localizada na região interna da cabeça e na interface cabeça-cone, originada do processo de fretting-corrosion e fretting durante 10 milhões de ciclos, resultando em resíduos particulados e produtos de corrosão;
- de modo a compreender melhor os mecanismos de fretting-corrosion mais ensaios são necessários, inclusive mudanças na carga aplicada e no número de ciclos.
- nas amostras Inox-Inox houve evidências da liberação de partículas avermelhadas (resíduos), mas nas amostras Inox-Ti estes resíduos apresentaram coloração normal;
- numa observação inicial o processo de fretting-corrosion não afetou a estabilidade mecânica dos componentes modulares, mesmo após  $10^7$  ciclos; e
- a análise em MEV com EDS dos fragmentos Inox-Ti revelou diferentes morfologias, com a presença de Cr, Mo e Ni numa partícula de formato irregular e outra, com superfície mais suave, contendo V.

## REFERÊNCIAS

- 1 ASTM F 138-08 Standard Specification for Wrought 18Chromium-14Nickel-2.5Molybdenum Stainless Steel Bar and Wire for Surgical Implants (UNS S31673).
- 2 Cavalcanti, E.H. de S., Souza, S.M.C. de, Ferreira, C. de A., Campos, M.M. , Abud, I. de C. e Palmeira, L., (2002), "Avaliação da Resistência à Corrosão de Prótese Total de Quadril de Aço Inoxidável Austenítico Removida de Paciente", 22<sup>o</sup> CONBRASCORR – Congresso Brasileiro de Corrosão, Salvador – Bahia.
- 3 Giordani, E.J., Ferreira, I. e Balancin, O., (2007), "Propriedades mecânicas e de corrosão de dois aços inoxidáveis austeníticos utilizados na fabricação de implantes ortopédicos", REM: R. Esc. Minas, Ouro Preto, 60(1): 55-62.
- 4 Crestani, M.V., Boschim, L.C. e Schwartzmann, C.R., (2004), "Metalose Simulando Tumor Abdominal", *Revista Brasileira de Ortopedia*, Nov/Dez. 2004.
- 5 - Merritt, K.; Brown, S.A.; (1985), "Biological Effects of Corrosion Products from Metals", *Corrosion and Degradation of Implant Materials: Second Symposium, ASTM STP 859*, A.C. Fraker and C.D. Griffin, Eds., American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1985, pp. 195-207.
- 6 Khan, M.A.; Williams, R.I.; Williams, D.F.; "In-vitro corrosion and wear of titanium alloys in the biological environment"; *Biomaterials*, 17, 1996, (22), 2117-2126.
- 7 Evans, E.J.; "Cell damage in vitro following direct contact with fine particles of titanium, titanium alloy and cobalt-chrome-molybdenum alloy", *Biomaterials*, 15, 1994, (9), 713-77.
- 8 ASTM F 1440 – 92 (Reapproved 2008), Standard Practice for *Cyclic Fatigue Testing of Metallic Stemmed Hip Arthroplasty Femoral Components Without Torsion*.
- 9 ISO 7206-4-2010 - Implants for surgery - Partial and total hip joint prostheses -- Part 4: Determination of endurance properties and performance of stemmed femoral components.
- 10 ASTM F 1875 – 98 (Reapproved 2004), Standard Practice for *Fretting Corrosion Testing of Modular Implant Interfaces: Hip Femoral Head-Bore and Cone Taper Interface*.
- 11 M.A. Khan; R.L. Williams; D.F. Williams, In vitro corrosion and wear of titanium alloys in the biological environment, *Biomaterials*, 17, 1996, 2117-2126.
- 12 E.J. Evans, Cell damage in vitro following direct contact with fine particles of titanium, titanium alloy and cobalt-chrome-molybdenum alloy, *Biomaterials*, 15, 713-717.