

## CHARAKTERYSTYKA MECHANICZNA WIELOFUNKCYJNEJ RESORBOWALNEJ PŁYTKI KOMPOZYTOWEJ DO ZESPOLEŃ KOSTNYCH

KAROL GRYN\*, BARBARA SZARANIEC,  
ANNA MORAWSKA-CHOCHÓŁ, JAN CHŁOPEK

AGH AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA,  
WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I CERAMIKI,  
KATEDRA BIOMATERIAŁÓW,  
AL. A. MICKIEWICZA 30, 30-059 KRAKÓW  
\*E-MAIL: KGRYN@AGH.EDU.PL

### Streszczenie

*W artykule przedstawiono badania mechaniczne prototypowego wszczepu do zespołów kostnych w postaci resorbowalnej wielofunkcyjnej czterootworowej płytki w kształcie litery I. Testy dotyczyły gotowych implantów w symulowanych warunkach pracy, a nie normatywnych próbek (wiosło, belka) dlatego przygotowano odpowiedni modelowy schemat badawczy implantu. Składał się on z dwóch bloczków imitujących odłamy kostne, połączonych za pomocą badanej płytki, który był poddawany testom mechanicznym w izolowanych stanach naprężeniowo-odkształceniowych (jednoosiowe rozciąganie, trójpunktowe i jednostronne zginanie).*

*Badano płytki wykonane z dwóch odmian polimeru resorbowalnego (poli-L-laktydu) oraz dwa rodzaje kompozytu, w których podstawę stanowiła jedna z odmian polimeru, a fazą modyfikującą była mieszanina mikrometrycznego proszku ortofosforanu trójwapienia i nanometrycznego hydroksyapatytu. Badano także wpływ geometrii płytek na charakterystyki mechaniczne.*

*Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono wyraźny wpływ dodatków ceramicznych na zmianę parametrów wytrzymałościowych płytek wykonanych z różnych materiałów. W przypadku polilaktydu z dopuszczeniem medycznym zaobserwowano spadek wytrzymałości przy jednoczesnym podniesieniu modułu Younga E. Ponadto geometria implantu, czyli w badanym przypadku lokalizacja żeberka wzmacniającego, wpływała na uzyskane wyniki. Lepszymi parametrami cechowały się płytki z żeberkiem wzmacniającym na górnej stronie płytki. Ponadto podczas testów zginania stwierdzono, że przy tego rodzaju geometrii płytki pęknięcie lokalizuje się poza przekrojem krytycznym, a więc taka konstrukcja jest bardziej bezpieczna.*

*Z grupy przebadanych prototypów, jako najlepsze, wybrano płytki kompozytowe PL38/TCP/Hap, wykonane z poli-L-laktydu medycznego, modyfikowanego mieszaniną proszków ceramicznych z żeberkiem wzmacniającym na powierzchni górnej. Mogą one znaleźć zastosowanie w osteosyntezie, w miejscach które nie są narażone na zbyt duże obciążenia mechaniczne. Do tej grupy zaliczyć można kości w obrębie twarzoczaszki oraz kości krótkie ręki. Zaleca się przy tym zastosowanie usztywniających opatrunków zewnętrznych.*

## MECHANICAL CHARACTERIZATION OF MULTIFUNCTIONAL RESORBABLE COMPOSITE PLATE FOR OSTEOSYNTHESIS

KAROL GRYN\*, BARBARA SZARANIEC,  
ANNA MORAWSKA-CHOCHÓŁ, JAN CHŁOPEK

AGH UNIVERSITY OF SCIENCE AND TECHNOLOGY,  
FACULTY OF MATERIALS SCIENCE AND CERAMICS,  
DEPARTMENT OF BIOMATERIALS,  
AL. MICKIEWICZA 30, 30-059 KRAKOW, POLAND  
\*E-MAIL: KGRYN@AGH.EDU.PL

### Abstract

*The article presents the mechanical properties of prototype multifunctional four-hole, I-shaped plate made of resorbable composite and used for osteosynthesis. Multiple tests were conducted on ready-to-use implants and run in simulated real-working conditions. A special customized test stand was constructed for the sake of this research. The model of the osteosynthesis consisted of two rectangular pieces of plexiglas joined together by means of the tested plate. Durability of the physical model was mechanically assessed in static uniaxial tensile, three-point bending, one-side bending tests.*

*Two types of resorbable polymers (poly-L-lactide) and two types of composites based on these polymers were considered. The composites were modified with a combination of two types of bioceramic: micrometric tricalcium phosphate and nanometric hydroxyapatite. The relation between the geometry of the plate and its mechanical characteristics was also investigated for all the tested materials.*

*The test results proved that incorporation of bioceramic modifiers into the polylactide matrix influences the mechanical behaviour of the tested bone plates. The composite based on FDA approved polylactide (PL38) revealed the strength decrease while the Young modulus increased at the same time. The mechanical parameters were also dependent on the geometry of the plate (localization of a stiffening rib). Better results were obtained for the plates with a stiffening rib located on the upper side of the plate. What is more, the three-point-bending test revealed that in such a case the crack line moved away from the critical cross section, making such a plate more reliable.*

*The best parameters were achieved for the three-component plates (PL38/TCP/Hap) with a stiffening rib on the upper side. They can be potentially applied for osteosynthesis of the bones submitted with rather low loads, e.g. craniofacial bones, metacarpal bones or phalanges. An external stiff stabilisation (a plaster cast) is recommended as an additional support and prevention.*

**Słowa kluczowe:** osteosynteza, zespolenie kostne, płytka zespalająca, płytka kompozytowa, płytka wielofunkcyjna, polimer resorbowalny, polilaktyd, hydroksyapatyt, fosforan wapnia, własności mechaniczne, parametry wytrzymałościowe

[Inżynieria Biomateriałów 133 (2015) 22-33]

## Wprowadzenie

W obszarze chirurgii kostnej jedną z technik operacyjnego leczenia złamań i nieprawidłowości zrostu kości jest stabilna osteosynteza, czyli połączenie (czasowe lub na stałe) uszkodzonej tkanki kostnej poprzez wszczepienie elementu lub zespołu elementów stabilizujących odcłamy kostne na czas procesu leczenia [1]. W większości przypadków implanty takie, w formie płytek wielootworowych, wykonane są z metalu (np.: stal 316L, tytan i jego stopy) [2,3]. Po zakończeniu leczenia konieczne jest usunięcie takich wszczepów, gdyż mogą one powodować wiele reakcji niepożądanych np.: stany zapalne, uczulenia czy potencjalnie groźne procesy korozyjne [4-9].

Ze względu na specyficzne warunki, w jakich płytki muszą pracować wymagana jest możliwie największa biogodność oraz odpowiednio dobrana charakterystyka mechaniczna, zbliżona do charakterystyki leczonej kości. Metalowe implanty kostne cechują się wysokimi parametrami mechanicznymi, w tym wysokim modułem Younga, który wielokrotnie przewyższa moduł kości. Z powodu niedopasowania tego parametru często pojawia się tzw. efekt przesztynienia powodujący odciążenie odbudowującej się tkanki kostnej w miejscu uszkodzenia i tym samym, zgodnie z prawem Wolffa, zatrzymanie procesów jej regeneracji [10]. Z tego powodu prowadzi się szeroko zakrojone badania mające na celu eliminowanie materiałów metalowych i zastępowanie ich innymi o lepiej dopasowanych parametrach mechanicznych. Wymagania takie spełnia grupa polimerów resorbowalnych, do których należą m.in. PLA, PGLA, PGA, PHB. Dodatkowo zastosowanie materiałów biowchłaniających umożliwia zmianę charakterystyki mechanicznej układu kość-implant w czasie regeneracji i tym samym pozwala na dopasowanie jej do procesu zrostu kostnego. Eliminuje to również problem ciała obcego i ograniczonej biogodności po osiągnięciu zrostu [11-13].

Zastosowanie polimerów biowchłaniających, oprócz możliwości bliższego dopasowania ich parametrów wytrzymałościowych do tkanki kostnej pozwala na modyfikowanie ich właściwości i nadawanie im dodatkowych funkcji poprzez wprowadzanie do ich osnowy dodatków, czyli wytworzenie kompozytów [14-17]. Dodatkowa korzyść to łatwość formowania, zwłaszcza grupy termoplastów.

Artykuł opisuje przygotowanie oraz badania wielofunkcyjnych kompozytowych cztero- i pięciootworowych płytek zespalających do osteosyntezy, modyfikowanych mieszaniną fosforanów wapniowych, mających zastąpić powszechnie stosowane płytki metalowe. Na podstawie opracowanych charakterystyk mechanicznych oceniono możliwości wykorzystania i potencjalne obszary zastosowania takich implantów.

**Keywords:** osteosynthesis, bone plate, composite plate, multifunctional plate, resorbable plate, poly-lactide, hydroxyapatite, tricalcium phosphate, mechanical characterisation, durability

[Engineering of Biomaterials 133 (2015) 22-33]

## Introduction

One of the main surgical techniques to treat bone fractures and improper osteosynthesis is a rigid fixation with a bone plate. Such a fixation may be either time-limited or permanent [1]. In most cases the implants are made of metals and alloys, e.g. surgical stainless steel or titanium [2,3]. The drawback of metal implants is the necessity of another surgery. Namely, after the healing process of a broken bone is completed, it is necessary to remove the implant because it may cause swelling, irritation or potentially dangerous corrosion [4-9].

Due to the specific working conditions of the bone plate, it should be highly biocompatible and adequate to the place where it is located. The implant should be also mechanically fitted to the surrounding bone. Metal implants have high strength and Young modulus, much higher than the natural bone, which is not advantageous in this case. The effect called "overstiffness" means that the bone is not properly stimulated and the healing processes is obstructed [10]. This is the reason why scientists are trying to elaborate new materials for bone healing applications. There is a big group of resorbable polymers, e.g. PLA, PGLA, PLDL, PGA, whose mechanical parameters can change during degradation and adapt to the actual "needs" of the healing bone. When a resorbable plate is used, no additional surgery for the implant removal is needed [11-13].

Fabrication of bone plates using resorbable polymers offers other important advantages, too. Firstly, it is quite easy to modify their parameters by composite preparation [14-17]. Moreover, the injection moulding method can be applied, making the large and cost-effective mass production possible.

The article presents the research results on multifunctional resorbable composite bone plates modified with calcium phosphates dedicated for osteosynthesis. Such implants are supposed to replace commonly used old-fashioned metal ones. Our research assessed the potential use and fields of application.

### Przygotowanie materiałów

Opracowany kompozyt składał się z resorbowalnej matrycy polimerowej - poli(L-laktydu). Zastosowano dwa rodzaje polilaktydu – „techniczny” PLLA Ingeo 3251D - amorficzny polimer resorbowalny (Nature Works) oraz „medyczny” z dopuszczeniem FDA do zastosowań w medycynie PURASORB PL38 (PURAC). Wprowadzono modyfikatory w postaci dodatków bioceramicznych, których łączny udział objętościowy nie przekraczał 8%. Były to: mikrometryczny proszek fosforanu trójwapienia  $\beta$ TCP (Chema Elektromet) oraz nanometryczny hydroksyapatyt HAp (Chema Elektromet). Oba proszki posiadały dopuszczenie do zastosowań medycznych.

Do badań przygotowano łącznie osiem rodzajów próbek. Wybrano cztery rodzaje materiałów tj. polilaktyd techniczny (PLA), polilaktyd medyczny (PL38) oraz kompozycje oparte na obu rodzajach osnowy PLA/TCP/HAp i PL38/TCP/HAp. Z każdego rodzaju materiału wykonano dwa warianty geometryczne płytki czterootworowej I (RYS. 1).

Do wytworzenia próbek zastosowano wtryskarkę pionową Multiplas V4-S-15N wyposażoną w ślimakowy układ uplastyczniający. Granulaty polimerowe oraz proszki bioceramiczne suszono w cieplarni laboratoryjnej w temp. 37°C przez 24 h. Składniki kompozytów w odpowiednio odważonych proporcjach (waga analityczna  $\pm 0,001$  g - RADWAG PS 360/C/2) wymieszano wstępnie poprzez wstrząsanie. Przygotowaną mieszankę zasypywano do lejka podawczego wtryskarki. W temp. ok. 200°C ruchem obrotowym ślimaka homogenizowano uplastyczniony wsad, który następnie wtryskiwano do formy (dane technologiczne zamieszczono w TABELI 1). Przed otwarciem formy stosowano 10 sekundy okres chłodzenia tworzywa w celu jego konsolidacji.

### Charakterystyka płytek typu I

Otrzymano płytki czterootworowe typu I (dł. 29 mm, szer. 7 mm, gr. 2 mm, średnica otworu 3 mm, stożkowe gniazdo pod łeb śruby mocującej). Z każdego rodzaju materiału wykonano dwa warianty geometryczne różniące się między sobą położeniem żeberka wzmacniającego. RYS. 1 przedstawia projekt konstrukcyjny przygotowanych płytek i różnice w ich przekrojach poprzecznych.

RYS. 1. Prototypowa płytka i jej przekrój poprzeczny:  
a) typu N; b) typu R.

FIG. 1. Prototypes of the plate and their cross-section:  
a) N type; b) R type.

## Materials and Methods

### Materials preparation

The composite consisted of the two types of polymer matrix: medical grade poly(L-lactide) PL38 Purasorb (Purac) and poly(L-lactide) PLLA Ingeo 3251D (Nature Works) not approved by FDA. A mixture of two calcium phosphate powders was used as a modifying phase. Micrometric  $\beta$ -tricalcium phosphate (Chema Elektromet) and nanometric hydroxyapatite (Chema Elektromet) with medical application approval were incorporated into the two types of matrix.

For the studies four kinds of materials were prepared: poly(L-lactide) (PLA), medical grade poly(L-lactide) (PL38), and compositions based on both types of polymer matrix - PLA/TCP/HAp and PL38/TCP/HAp. Each material was formed in two geometrical shapes of the plates (FIG. 1), thus obtaining eight variants to be tested.

The injection moulding machine Multiplas V4-S-15N with the vertical screw plastifying unit was used to fabricate the plates. Granulates and ceramic powders were dried in a laboratory incubator (37°C/24 h). The components of the composite were weighed using the analytical scale  $\pm 0.001$  g; RADWAG-PS 360/C/2. The proper amounts were mixed by shaking and the mixture was inserted into the feed hopper of the moulding machine. The mixture got plasticized and homogenized by means of the rotating screw at the temperature of about 200°C. Next it was injected into the mould (the technological parameters presented in TABLE 1). The material was cooled for 10 s before opening the mould.

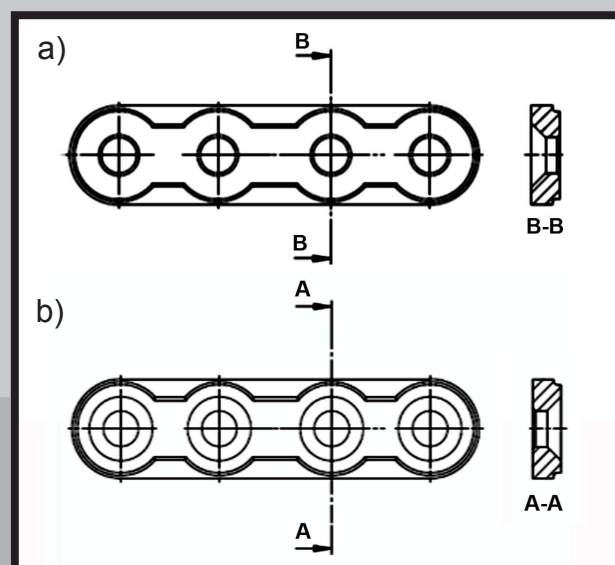


TABELA 1. Parametry technologiczne otrzymywania (wtrysku) czterootworowych płytek I.

TABLE 1. Technological parameters of injection moulding process to fabricate the four-hole I-shaped plates.

Materiał Material	Temperatura / Temperature [°C]			Ciśnienie* Pressure* [kg/cm <sup>2</sup> ]	Przepływ Flow [%]	Czas wtrysku Injection time [s]	Czas chłodzenia Cooling time [s]
	Strefa 1 Zone 1	Strefa 2 Zone 2	Strefa 3 Zone 3				
PLA	160	165	168	80	60	5	10
PLA/TCP/HAp	165	170	175	80	60	5	15
PL38	215	210	210	80	60	5	10
PL38/TCP/HAp	200	185	185	80	60	5	10

\* ciśnienie w układzie hydraulicznym wtryskarki (ślimaka)

\* the pressure in the hydraulic system of injection molding machine (perpetual screw)



Zastosowano następujące oznaczenie: płytka I typu N posiadała żeberko wzmacniające po stronie mocowania do odłamu kostnego, natomiast w płytce I typu R po stronie przeciwnej.

Płytki I posiada cztery otwory. Dzięki nim, za pomocą śrub lub wkrętów, może zostać ona przymocowana do uszkodzonej kości, prostopadle do złamania, po obu jego stronach.

### Metody badań

Badania laboratoryjne implantów powinny być realizowane w taki sposób, aby jak najlepiej odwzorowywały warunki pracy wszczepu. W tym celu przygotowano modelowe zespolenie imitujące dwa odłamy kostne (bloczki z PMMA o wymiarach: 50 mm x 25 mm x 8 mm). Oddalono je od siebie o ok. 1,5 mm symulując tym samym szczelinę złamania. Płytki I mocowano do bloczków PMMA za pomocą nierdzewnych śrub z łbem stożkowym i nakrętką (M2,5 A4-70).

Zmontowane układy poddawano badaniom mechanicznym. Wyznaczano charakterystyki naprężeniowo-odkształceniowe w próbach: statycznego jednoosiowego rozciągania (RYS. 2a), trójpunktowego zginania w płaszczyźnie czołowej (RYS. 2b). Przeprowadzono również testy zginania jednostronnego sztywno zamocowanej płytki nazwane roboczo „zginaniem jednostronnym” (RYS. 2c).

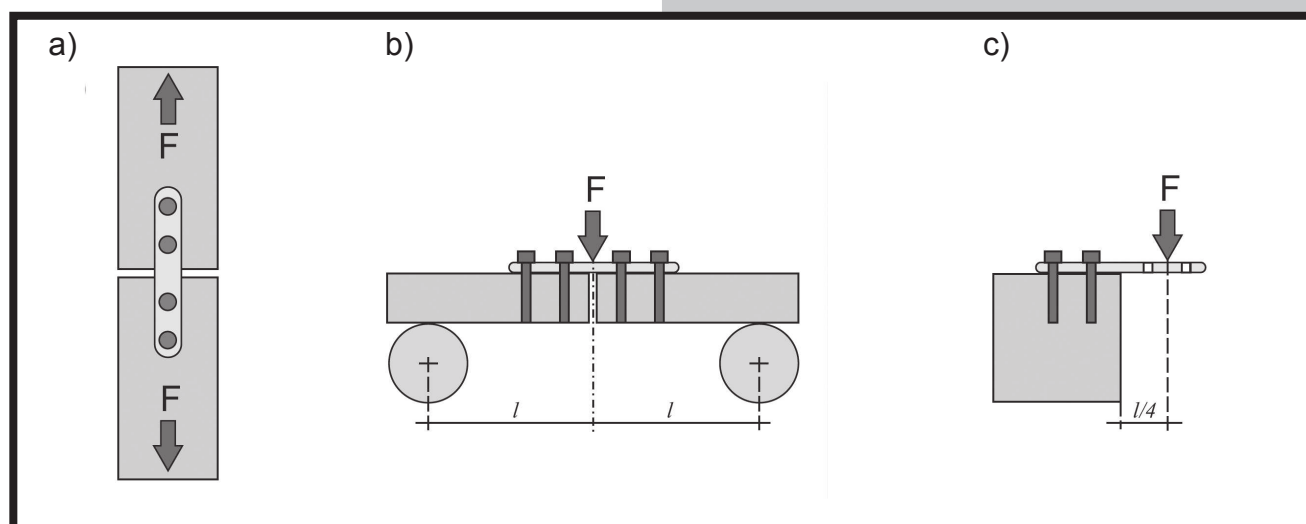
### Plate characteristics

The materials were formed into “I-shaped” plates with four holes. Their measurements were as follows: length – 29 mm, width – 7 mm, height – 2 mm. The diameter of the holes was 3 mm and they were conical in shape. The two geometrical shapes of the plates were fabricated from each material: the N type with a stiffening rib on the bottom surface (closer to the bone), and the R type with a stiffening rib on the upper side. The difference between N and R types is shown in FIG. 1. There were four holes in each plate which were used to screw the implant to the bone.

### Methodology

The tests were conducted so as to simulate the real working-conditions of the implant, thus a special model of osteosynthesis was prepared. Two blocks of Plexiglas (PMMA) measuring 50 mm x 25 mm x 8 mm were cut. The plates were mounted on the blocks using stainless steel screws with nuts (M2.5 A4-70). The gap between the PMMA blocks simulating a bone fracture measured 1.5 mm in width.

Such models were tested in standard mechanical tests: uniaxial static tension (FIG. 2a), three-point bending (FIG. 2b) and one-side bending (FIG. 2c).



RYS. 2. Schematy przeprowadzonych testów mechanicznych: a) statyczne jednoosiowe rozciąganie, b) trójpunktowe zginanie, c) zginanie jednostronne.

FIG. 2. Schemes of mechanical tests: a) uniaxial tension, b) three-point-bending, c) one-side bending.

Testy mechaniczne zakładały wyznaczenie: modułu Younga ( $E$ ), odkształcenia przy maksymalnej sile ( $\epsilon_{F_{max}}$ ), wytrzymałości na rozciąganie ( $R_m$ ) i trójpunktowe oraz jednostronne zginanie ( $R_z$ ).

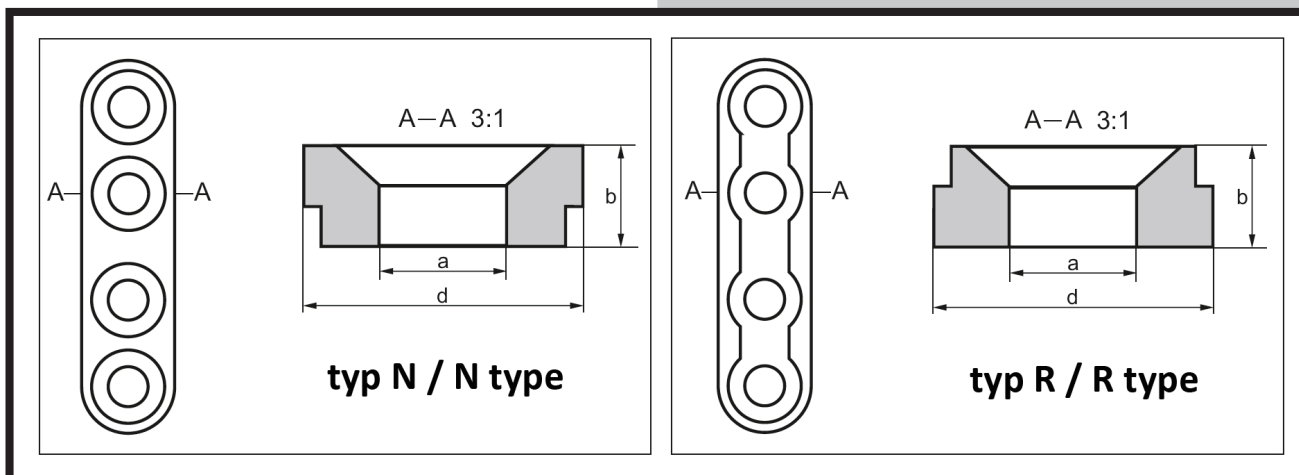
Modele zespolenia badano w temperaturze pokojowej na maszynie wytrzymałościowej Zwick 1435 wyposażonej w głowicę pomiarową o maksymalnym zakresie obciążenia do  $\pm 500$  N sprzężonej z oprogramowaniem TestXpert v 8.1. Testy prowadzono zgodnie z zaleceniami odpowiednich norm: dla jednoosiowego rozciągania: PN-EN ISO 527-1:1996: *Tworzywa sztuczne - Oznaczanie właściwości mechanicznych przy statycznym rozciąganiu*; dla trójpunktowego zginania: PN-EN ISO 178:2010(E) - *Tworzywa sztuczne - Oznaczanie właściwości przy zginaniu*; dla jednostronnego zginania sztywno zamocowanej płytki: PN-EN ISO 7438:2005 – *Metale – próba zginania*. We wszystkich testach zastosowana prędkość przesuwu trawersy wynosiła 2 mm/min.

The mechanical tests were conducted to assess Young modulus ( $E$ ), deformation at maximum force ( $\epsilon_{F_{max}}$ ), tensile strength ( $R_m$ ), three-point bending and one-side bending strength ( $R_z$ ).

All the models were tested using universal testing machine Zwick 1435 - the velocity of 2 mm/min, room temperature, maximum force  $\pm 500$  N. The applied software was TestXpert v8.1. The testing procedures were conducted in compliance with the standards: for uniaxial tension PN-EN ISO 527-1:1996, for three-point bending PN-EN ISO 178:2010(E), for one-side bending PN-EN ISO 7438:2005.

Ze względu na złożony kształt próbek, inny niż normatywnych próbek (wiosło, belka), podczas testów przyjęto następujące parametry geometryczne: grubość płytki to jej największa grubość na przekroju  $b$ ; za szerokość przyjęto największą szerokość przekroju krytycznego tzn. szerokość płytki  $d$  pomniejszoną o średnicę otworu mocującego  $a$  (RYS. 3).

Since the tested plates were endowed with irregular shapes, different from the normative ones (paddle or bar-shaped), thus the specific geometrical parameters had to be assumed: for the thickness of the plate -  $b$ , for the width of the plate - the width  $d$  minus the diameter of the mounting hole  $a$  (FIG. 3).



RYS. 3. Parametry geometryczne płytek I przyjęte do badań mechanicznych.

FIG. 3. Geometrical parameters of the I-shaped plates assumed for mechanical tests.

## Wyniki badań i dyskusja

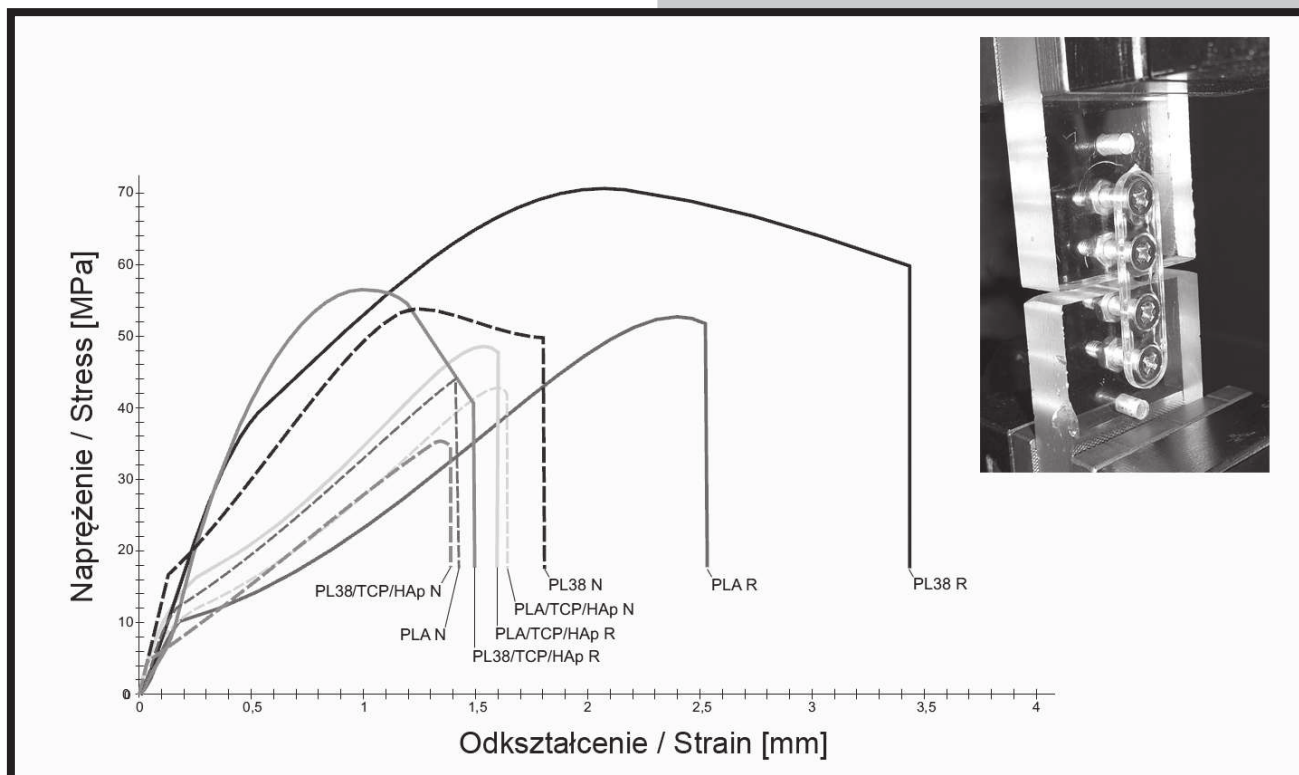
### Jednoosiowe rozciąganie

Po przeprowadzonych badaniach statycznego jednoosiowego rozciągania wszystkich wariantów płytek uzyskano zestaw krzywych  $\sigma = f(\epsilon)$  (RYS. 4). Obliczono średnie wartości wytrzymałości na rozciąganie  $R_m$ , moduł Younga  $E$  oraz odkształcenie przy maksymalnej  $\epsilon_{Fmax}$  i na tej podstawie sporządzono odpowiednie wykresy (RYS. 5).

## Results and Discussion

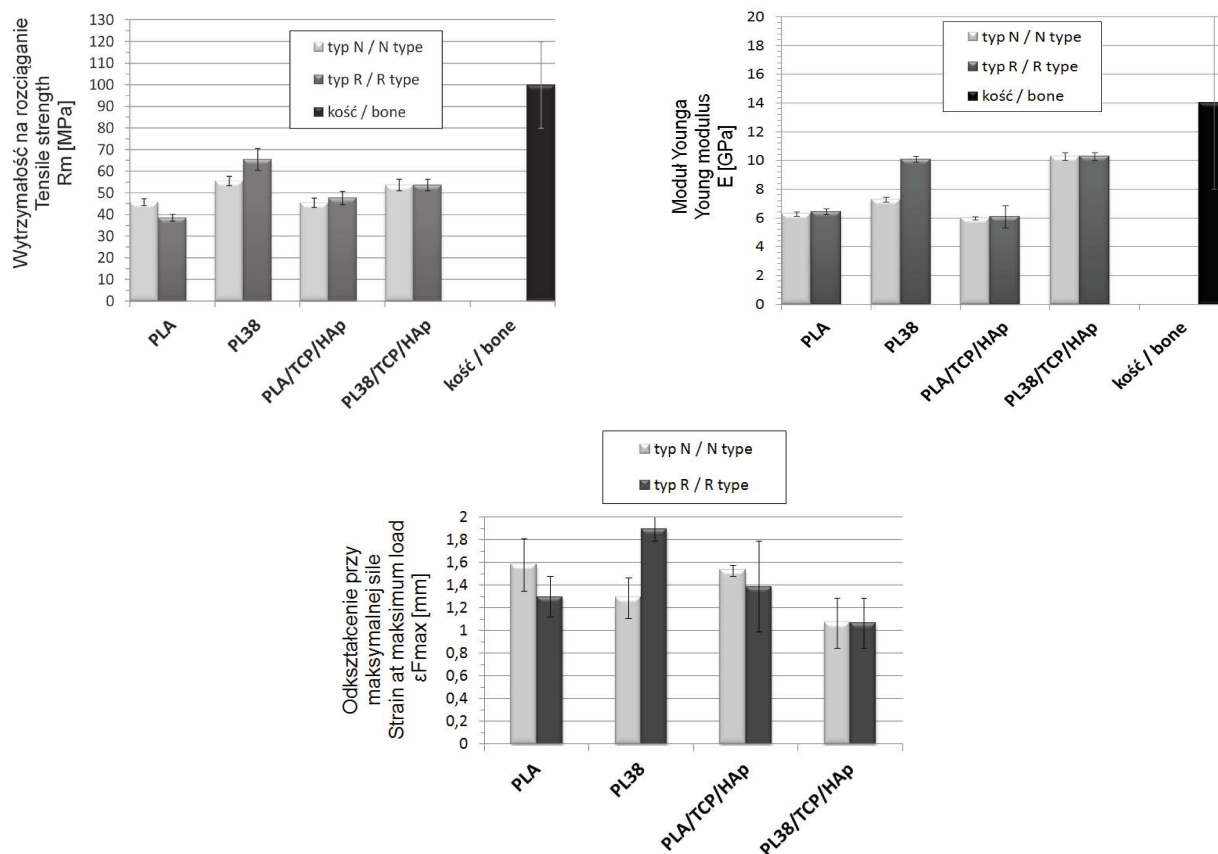
### Uniaxial tensile test

The set of stress-strain curves  $\sigma = f(\epsilon)$  was obtained from uniaxial tensile tests conducted on all the variants of the plates (FIG. 4). The average values of tensile strength  $R_m$ , Young modulus  $E$  and deformation at maximum force  $\epsilon_{Fmax}$  were calculated. The diagrams were constructed on the basis of the results (FIG. 5).



RYS. 4. Zestawienie przykładowych przebiegów krzywych rozciągania badanych wariantów płytek I.

FIG. 4. Examples of the stress-strain curves of the I-shaped plates obtained in uniaxial tensile test.



**RYS. 5. Zestawienie parametrów mechanicznych badanych płytek I w teście jednoosiowego statycznego rozciągania.**

**FIG. 5. Comparison of mechanical parameters of the I-shaped plates obtained in uniaxial tensile tests.**

Najwyższą wytrzymałość (typ R:  $65,59 \pm 5,01$  MPa; typ N:  $55,59 \pm 2,16$  MPa) oraz największy zakres odkształcenia (typ R:  $1,9 \pm 0,11$  mm; typ N:  $1,29 \pm 0,18$  mm) wykazały płytki z czystego polimeru medycznego PL38. Wprowadzenie modyfikatorów spowodowało nieznaczne obniżenie tych parametrów (typ R:  $R_m = 53,72 \pm 2,72$  MPa,  $\epsilon_{Fmax} = 1,07 \pm 0,22$  mm; typ N:  $R_m = 36,39 \pm 1,05$  MPa,  $\epsilon_{Fmax} = 1,47 \pm 0,23$  mm). W przypadku polimeru technicznego stwierdzono zależność odwrotną. Kompozyt PLA/TCP/HAp miał wyższą wytrzymałość (typ R:  $47,74 \pm 3,03$  MPa, typ N:  $45,51 \pm 2,2$  MPa) niż czysty polimer PLA (typ R:  $38,53 \pm 1,64$  MPa, typ N:  $45,83 \pm 1,62$  MPa) i zakres plastyczny również w niewielkim stopniu się zwiększył (typ R: z  $1,30 \pm 0,18$  mm dla PLA do  $1,39 \pm 0,4$  mm dla PLA/TCP/HAp; typ N: z  $1,53 \pm 0,05$  mm dla PLA do  $1,58 \pm 0,23$  mm dla PLA/TCP/HAp).

Stwierdzono także wpływ geometrii płytki na parametry wytrzymałościowe. Lepsze wyniki uzyskano dla płytek z żeberkiem wzmacniającym zlokalizowanym na górnej powierzchni (typ R). Związane jest to z wielkością pola przekroju krytycznego, które dla płytek typu R jest o ok. 10% większe od pola przekroju płytek typu N.

Z punktu widzenia dopasowania charakterystyk mechanicznych badanych materiałów do tkanki kostnej zbitej uzyskano zadowalające wyniki. Kompozytowe płytki z osnową z polimeru medycznego PL38/TCP/HAp wykazują zbliżoną do kości wartość modułu Younga (typ R:  $10,28 \pm 0,26$  GPa; typ N:  $11,0 \pm 0,51$  GPa), co jest bardzo korzystne ze względu na niwelowanie efektu przeszywnienia. Niższa od kości wytrzymałość na rozciąganie nie dyskwalifikuje ich z potencjalnego zastosowania do zespołów kostnych. Płytki takie mogą być z powodzeniem stosowane w połączeniu ze stabilizacją zewnętrzną w postaci opatrunku usztywniającego.

The pure medical range polymer PL38 revealed the highest value of the strength (R type:  $65.59 \pm 5.01$  MPa; N type:  $55.59 \pm 2.16$  MPa) and the highest range of plastic deformation (R type:  $1.9 \pm 0.11$  mm; N type:  $1.29 \pm 0.18$  mm). The incorporation of the modifiers resulted in the slight increase in those parameters (R type:  $R_m = 53.72 \pm 2.72$  MPa,  $\epsilon_{Fmax} = 1.07 \pm 0.22$  mm; N type:  $36.39 \pm 1.05$  MPa,  $1.47 \pm 0.23$  mm). For the technical polymer PLA the reverse relation was observed.

The PLA/TCP/HAp composite had a higher value of tensile strength (R type:  $47.74 \pm 3.03$  MPa, N type:  $45.51 \pm 2.2$  MPa) than the pure polymer PLA (R type:  $38.53 \pm 1.64$  MPa, N type:  $45.83 \pm 1.62$  MPa). The range of the plastic deformation also slightly increased. Namely, for the R type it was  $1.30 \pm 0.18$  mm for pure PLA, while after the TCP/HAp modification it changed to  $1.39 \pm 0.4$  mm. In turn, for the N type the value of the plastic deformation was  $1.53 \pm 0.05$  mm for pure PLA, whereas for the TCP/HAp variant it was  $1.58 \pm 0.23$  mm.

Additionally, the geometry of the plate also had an influence on the strength parameters. It appeared that better results were achieved for the plates with a stiffening rib in the upper surface (R type). Such a phenomenon is connected with the value of the cross section surface area which is 10% higher for the R type as compared to the N type.

All the tested materials proved to be compatible with bone tissue as far as their mechanical properties are concerned. The Young modulus values for the PL38/TCP/HAp composite plates (R type:  $10.28 \pm 0.26$  GPa; N type:  $11.0 \pm 0.51$  GPa) were comparable to the bone, which is extremely beneficial in reduction in the stress shielding effect. The tensile strength value - lower than the real bone - does not exclude the plates from medical applications. Such implants are efficient, especially when combined with an external stabilization e.g. a plaster cast.

### Trójpunktowe zginanie

W celu pełnego scharakteryzowania wytrzymałości mechanicznej prototypowej płytki, przeprowadzono testy trójpunktowego zginania. Badano płytki typu N i R ze wszystkich rodzajów materiałów. Przyjęto wymiary próbek zgodnie z założeniami zamieszczonymi w rozdziale "Metody badań".

Modelowe zespolenie tj. płytkę I przymocowaną śrubami do bloczków PMMA umieszczono na stanowisku badawczym i poddano obciążeniu zginającemu (RYS. 6). Odległość między podporami wynosiła 50 mm. Czoło stempla ustawiono dokładnie w połowie długości płytki. Prędkość przesuwu stempla wynosiła 2 mm/min.

Przykładowe charakterystyki naprężeniowo-odkształceniowe uzyskane w testach przedstawiono na RYS. 6. Średnie wartości maksymalnej siły  $F_{max}$ , odkształcenia przy maksymalnej sile  $\epsilon_{Fmax}$ , wytrzymałości na trójpunktowe zginanie  $R_z$  oraz modułu Younga  $E$  pokazano na RYS. 7.

Stwierdzono, podobnie jak przy testach statycznego jednoosiowego rozciągania, że wprowadzenie dodatków do PLA wzmocniło i poprawiło odkształcalność, a w przypadku PL38 nieznacznie obniżyła się wytrzymałość, zaś zakres odkształcenia plastycznego zmniejszył się prawie trzykrotnie. Lepsze wyniki uzyskano dla płytek z żeberkiem wzmacniającym po stronie górnej (typ R). Płytkę PL38/TCP/HAp R posiadała wytrzymałość na trójpunktowe zginanie ( $143,29 \pm 10,49$  MPa) zbliżoną do wytrzymałości kości. Jej moduł Younga ( $21,87 \pm 3,29$  GPa) w niewielkim stopniu przewyższał moduł sztywności kości, jednak różnica ta mieści się w akceptowalnym zakresie.

Na RYS. 9 przedstawiono przykładowe płytki po teście trójpunktowego zginania. W obu przypadkach widoczne jest pęknięcie na spodniej stronie, jednak wszystkie płytki zachowały spójność i nie dochodziło do całkowitej dekohezji. Zauważalna jest różnica w wielkości odkształcenia różnych materiałów (kąt). Dla płytki PL38 jest on znacznie większy niż w przypadku płytki z kompozytu PL38/TCP/HAp (RYS. 8).

### Three-point bending test

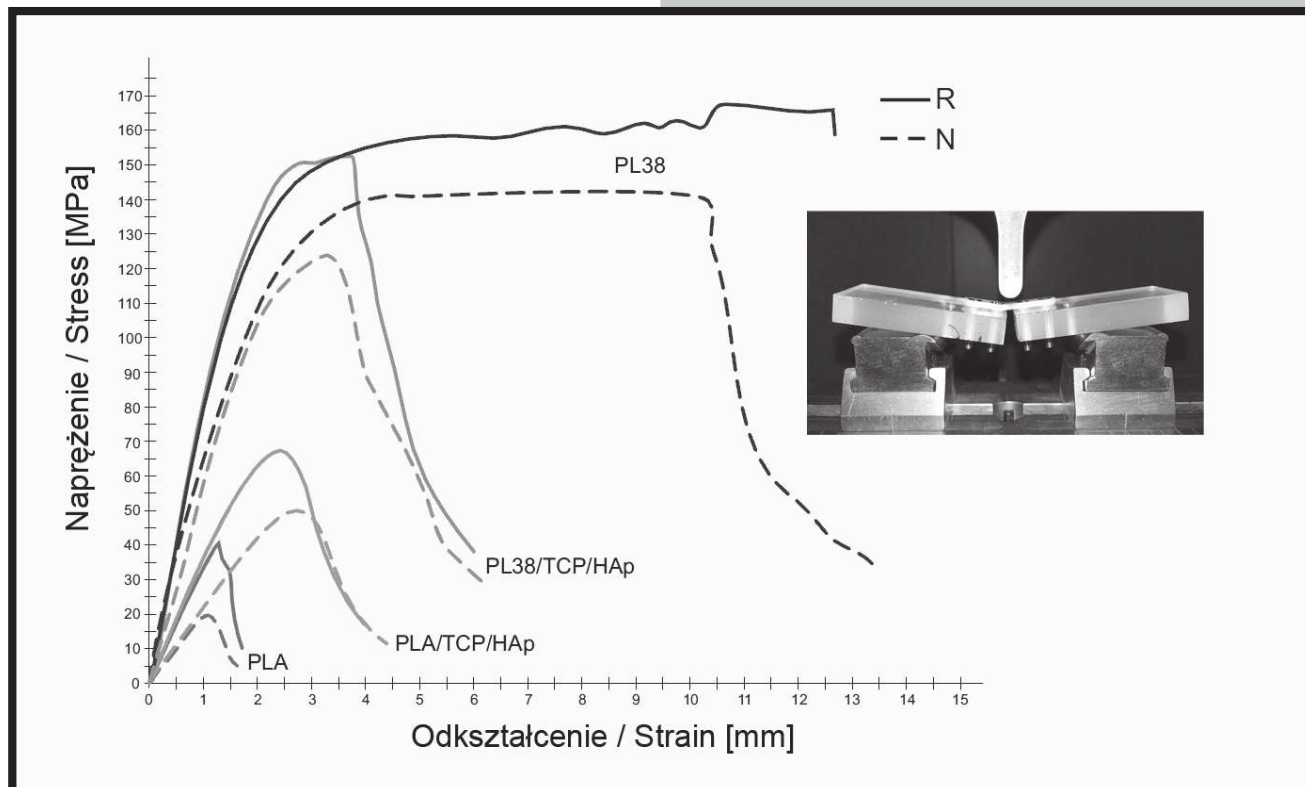
Three-point bending test was conducted in order to characterize the mechanical strength of the prototype plates. All the geometrical and material variants of the plates were examined.

The model osteosynthesis underwent the three-point bending test (FIG. 6). The distance between the supporting points measured 50 mm. The axis of the bending punch was exactly in the middle of the plate's length. The speed of the punch was 2 mm/min.

The representative strain-stress characteristics are presented in FIG. 6. The average values of maximum bending force  $F_{max}$ , deformation at the maximum force  $\epsilon_{Fmax}$  and Young modulus  $E$  are shown in the diagrams (FIG. 7).

In general, the incorporation of the bioceramic modifiers into the polymer matrix improved both the tensile strength and plasticity. The best results were obtained for the PL38/TCP/HAp R type plate. Its three-point bending strength was  $143.29 \pm 10.49$  MPa – the value similar to that of bone. Young modulus  $21.87 \pm 3.29$  GPa was only slightly higher than the one of the bone, but still within the acceptable range.

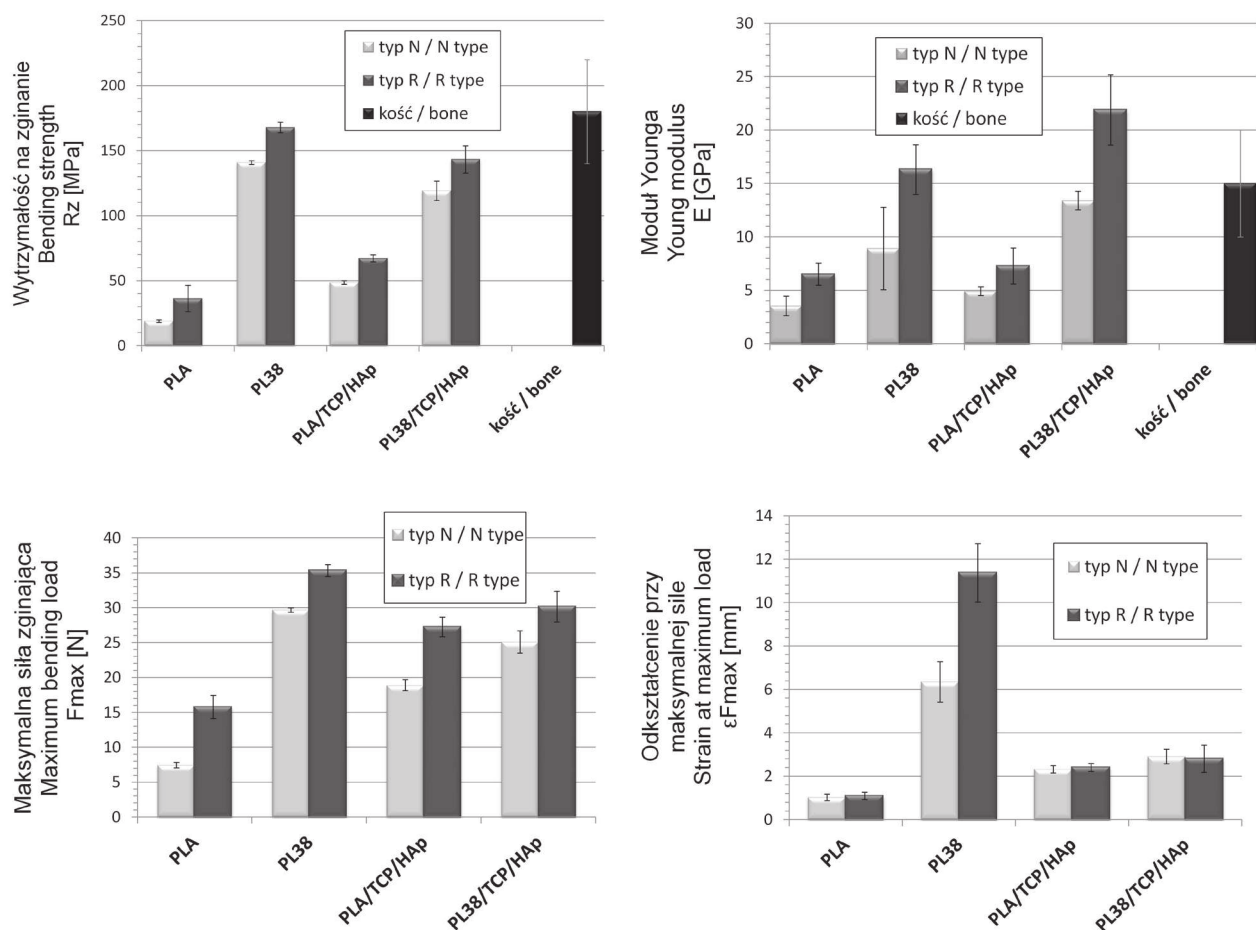
In FIG. 9 the examples of the damaged plates are presented. In both geometrical cases (R and N types) the crack is localized on the bottom surface of the plate. None of the damaged samples broke apart. The different range of the deformation angle, wider for the PL38/TCP/HAp plate is visible (FIG. 8).



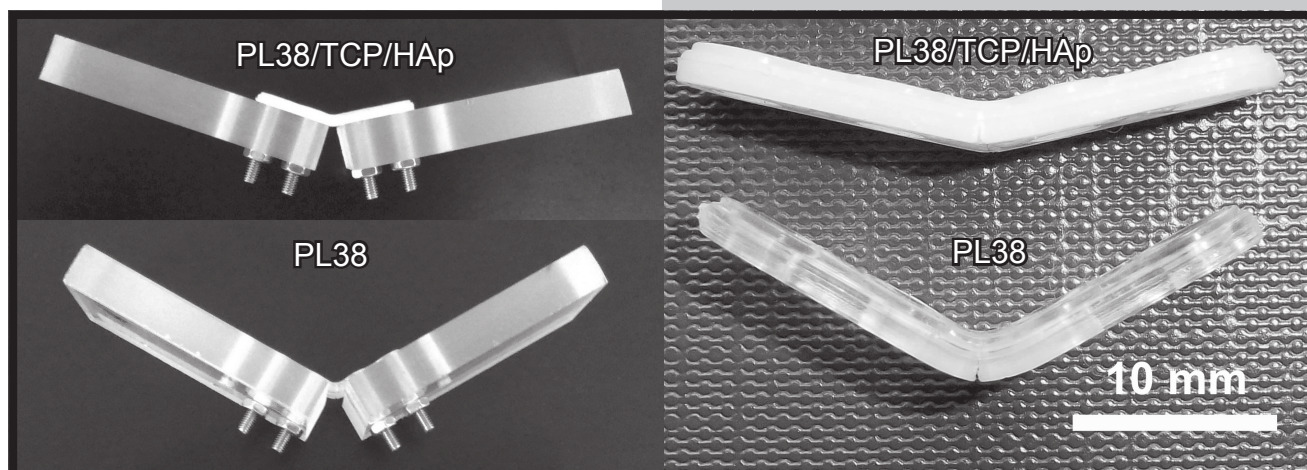
RYS. 6. Przykładowe przebiegi krzywych zginania trójpunktowego.

FIG. 6. Examples of the stress-strain curves of the I-shaped plates obtained in three-point-bending tests.





RYS. 7. Zestawienie charakterystyk mechanicznych pytek I uzyskanych w próbach trójpunktowego zginania.  
FIG. 7. Comparison of mechanical parameters of the I-shaped plates obtained in three-point bending tests.

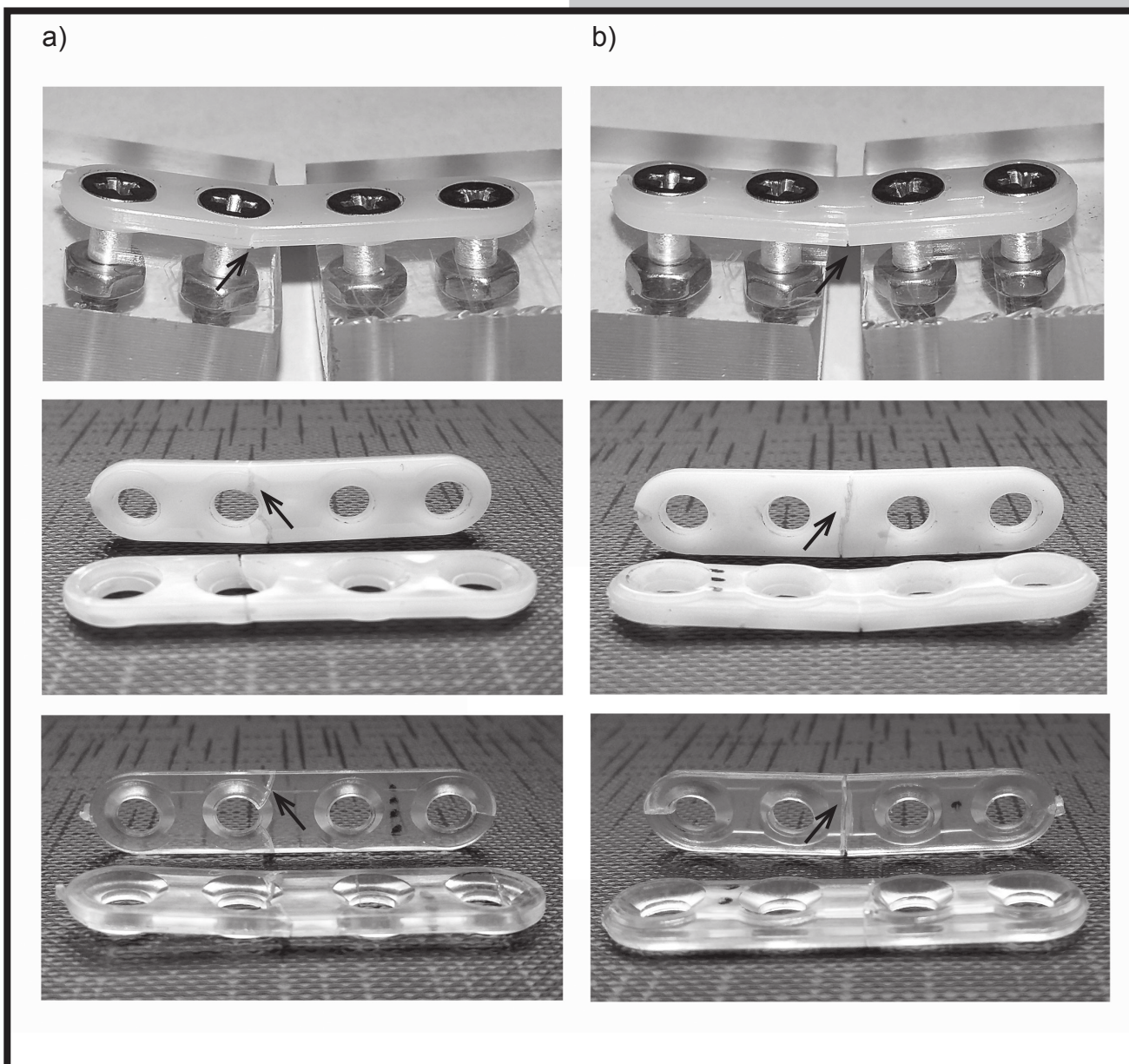


RYS. 8. Przykładowe płytki I typu R z PL38 i PL38/TCP/HAp po teście trójpunktowego zginania. Płytki kompozytowa osiągnęła znacznie mniejsze odkształcenie plastyczne - wyraźnie mniejszy kąt.  
FIG. 8. Examples of the I-shaped type R plates made of PL38 and PL38/TCP/HAp after three-point bending test. Lower plastic deformation of the composite plate was recorded.



Dodatkowo zaobserwowano zależność lokalizacji linii pęknięcia i położenia żeberka wzmacniającego. W przypadku płytek z żeberkiem na dole (typ N) (RYS. 9a), pęknięcie przebiegało w obszarze otworu mocującego bliższego szczelinie imitującej pęknięcie kości i przechodziło ono niemal dokładnie przez przekrój krytyczny. Płytki z żeberkiem na górze (typ R) (RYS. 9b) pękały w miejscu przyłożenia siły zginającej – w połowie ich długości. Charakterystyki pęknięcia były niezależne od rodzaju materiału z jakiego wykonana była płytka. Tym samym jednoznacznie potwierdzono, że czynnikiem decydującym o lokalizacji linii pęknięcia jest geometria płytki.

Taking into consideration the spot of the crack, it was revealed that the position of a stiffening rib was essential, regardless of the material. In the N type plates the crack propagated through the critical cross section (through the hole) (FIG. 9a), whereas in the R type the crack occurred in the middle of the plate (FIG. 9b). The process of the plate fracture does not depend on the type of plate material. Thus it confirms that the shape of the plate is the factor that influences the fracture characteristics, not the type of the material.



RYS. 9. Przykłady próbek po teście trójpunktowego zginania: a) typ N; b) typ R. Widoczna różnica w lokalizacji linii pęknięcia. Charakterystyka przebiegu pęknięcia dla płytek z kompozytu taka sama jak z czystego technicznego polimeru.

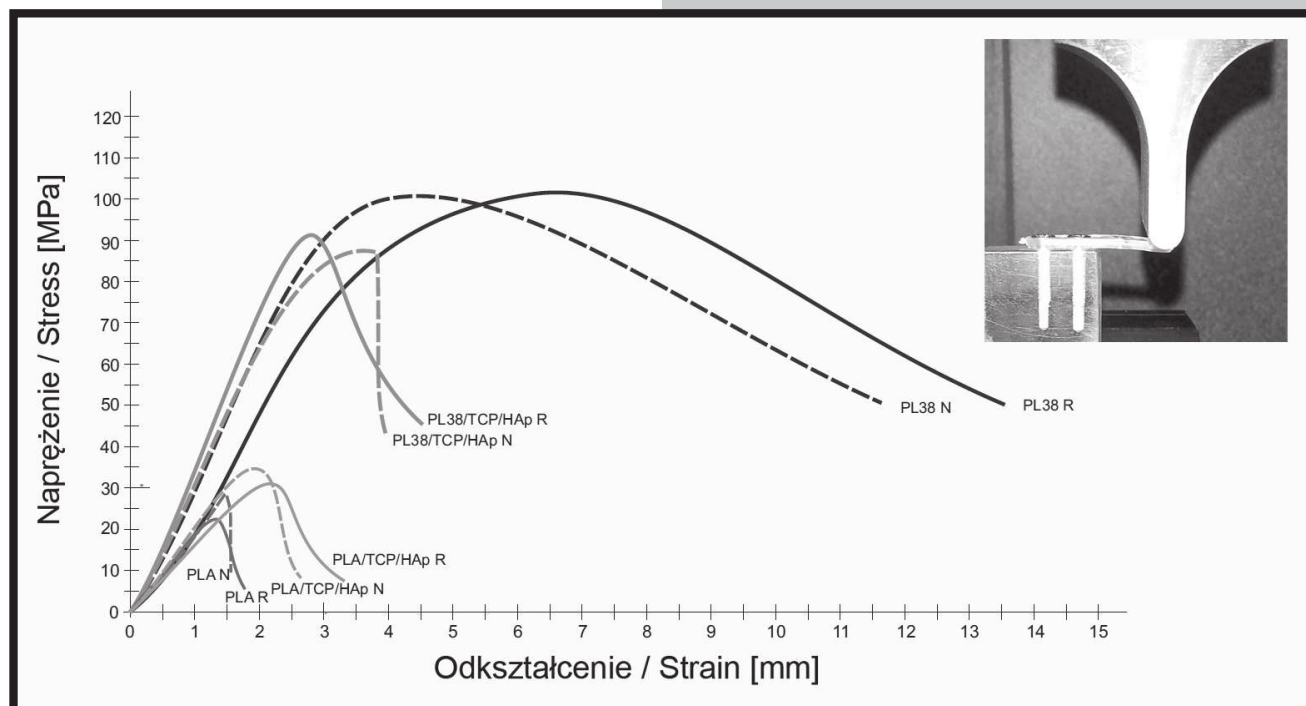
FIG. 9. Examples of the plates after three-point-bending test: a) N type; b) R type. There is a different localization of the crack line, depending on the plate type (N or R) but regardless of the material. Similar results for composite and pure polymer plates were revealed.

## Jednostronne zginanie

Testy jednostronnego zginania miały na celu weryfikację sposobu mocowania implantu, który realizowany jest poprzez przykręcenie płytki do kości kolejnymi (jedna po drugiej) śrubami/wkrętami. Tym samym konieczne jest określenie dopuszczalnych sił zginających (doginających) oraz zakresu odkształceń, które nie powodują jej uszkodzenia. Zebrane w testach wyniki przedstawiono w postaci zbiorczego wykresu z przebiegami krzywych zginania wszystkich wariantów badanych płytek (RYS. 10). Obliczone wartości średnie poszczególnych parametrów wyznaczanych w próbie przedstawiono na wykresach (RYS. 11).

## One-side bending

For the sake of the fixation procedure the one-side bending test was conducted. During the test only one half of the plate was firmly fixed. The other half (the loose one) was loaded to establish the safe range of the bending force without damaging the plate. All the variants of the plates were tested and the summary of the results is presented in FIG. 10. The average values of all the calculated parameters are shown in the diagrams (FIG. 11).

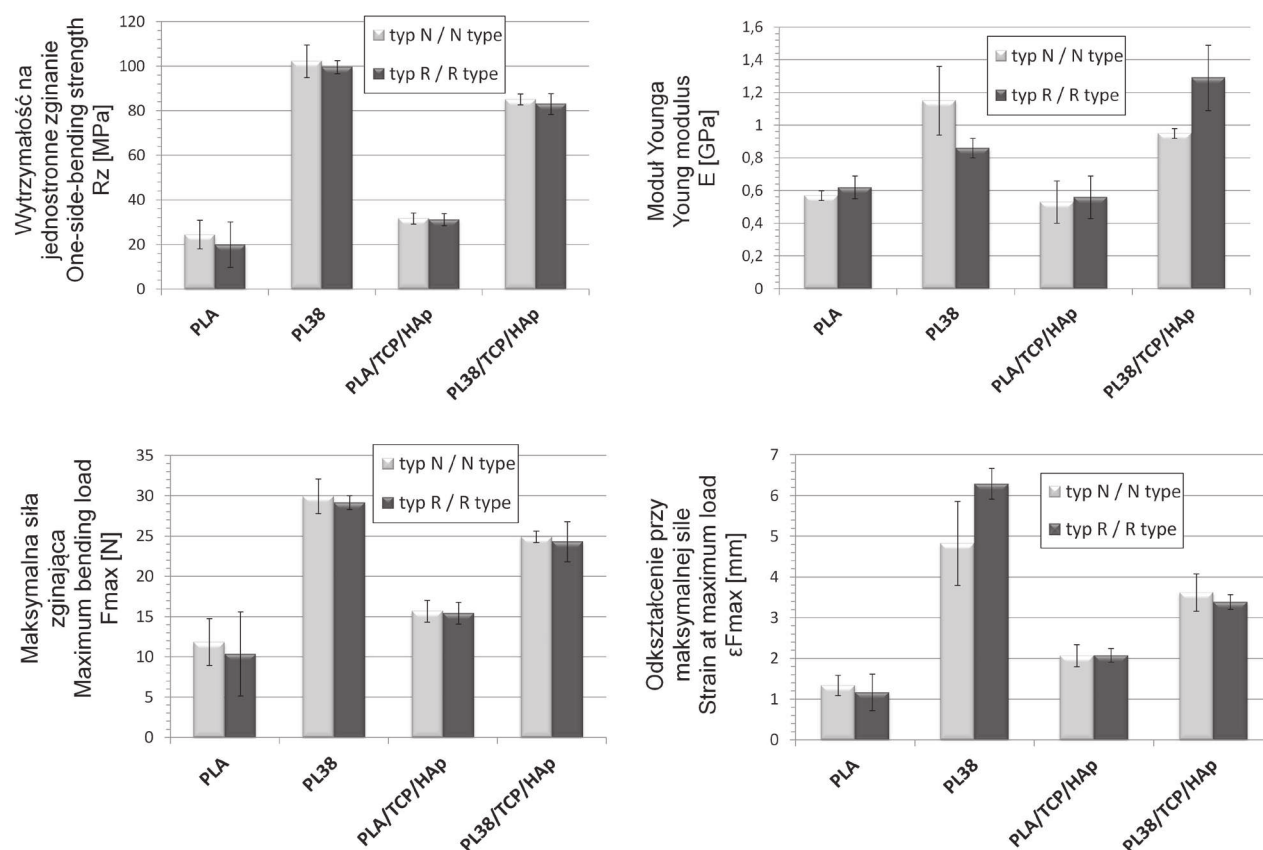


RYS. 10. Przykładowe krzywe zginania jednostronnego płytek I.

FIG. 10. Examples of one-side bending stress-strain curves of the I-shaped plates.

Parametry mechaniczne uzyskane w tych próbach co do przebiegów krzywych zginania i ich charakteru są zbliżone z uzyskanymi w próbie trójpunktowego zginania. Wpływ dodatków i różnice w geometrii płytek dają analogiczne rezultaty. Jedyną różnicą to wartości modułu Younga, które w przypadku zginania jednostronnego są o rząd wielkości mniejsze niż w próbie trójpunktowego zginania. Może być to spowodowane różną długością ramienia działającej siły. W przypadku trójpunktowego zginania próbki były sztywno zamocowane śrubami przez wszystkie otwory. Tym samym odcinek podlegający faktycznemu zginaniu był odległością pomiędzy punktem podparcia a czołem stempla (25 mm). Podczas jednostronnego zginania płytka była sztywno zamocowana tylko z jednej strony, dwoma śrubami. Druga połowa płytki nie była podparta, a oś stempla realizującego nacisk przechodziła przez środek najdalszego otworu (RYS. 10). Na początku testu ramię zginające miało długość ok. 13 mm. Ponadto czoło stempla w trakcie odkształcania mogło się swobodnie przesuwac po powierzchni płytki zwiększając tym samym długość ramienia zginającego (nawet do 16 mm), podczas gdy w próbie trójpunktowego zginania takiej możliwości nie było i ramię zginające miało cały czas taką samą długość.

The deformation curves of the plates obtained in the one-side and three-point bending tests showed similar characteristics. The incorporation of the modifying phase and the differences in the geometry of the samples also revealed analogical effects. The only deviation observed was in the value of Young modulus. In the one-side bending test the obtained value was much higher than the one from the three-point bending test. A possible reason for such a phenomenon might be connected with the length of the bending arm. For the three-point bending test the rigid fixation was applied (including all four holes) and the length of the bending arm measured 25 mm. For the one-side bending test only one half of the plate was fixed with two screws and the load was applied to the loose segment of the plate (FIG. 10). During the deformation the punch could slip down the plate, that is why the bending arm length changed from 13 mm to 16 mm.



RYS. 11. Zestawienie wyników uzyskanych w próbie jednostronnego zginania.

FIG. 11. Comparison of mechanical parameters of the I-shaped plates obtained in one-side bending tests.

## Podsumowanie

Na podstawie przeprowadzonych badań i analiz stwierdzono, że dodatek ceramiki do polilaktydu technicznego PLA powodował obniżenie wytrzymałości i jednocześnie uplastyczniał materiał. Dla polilaktydu medycznego PL38 wraz z wprowadzeniem dodatków bioceramicznych zarejestrowano zmniejszenie zarówno wytrzymałości, jak i plastyczności. Ponadto ujawniono wpływ geometrii płytki. Lepsze wyniki uzyskano dla płytek z żeberkiem wzmacniającym zlokalizowanym na powierzchni górnej (typu R). Wykazywały one trzy razy wyższą wytrzymałość w porównaniu z płytkami z żeberkiem wzmacniającym po stronie dolnej (typu N). Lokalizacja żeberka wpływała także na charakter linii pęknięcia podczas trójpunktowego zginania. Również w tym przypadku lepsze wyniki uzyskano podczas testów płytek typu R. Pęknięcia pojawiały się zawsze w połowie długości płytki, a nie w przekroju krytycznym.

Odnosząc się do danych literaturowych dotyczących charakterystyk mechanicznych kości zbitej (wytrzymałość na rozciąganie 80-120 MPa, moduł Younga  $E$  7-20 GPa; w próbie zginania wytrzymałość 130-240 MPa i moduł Younga  $E$  9-16 GPa) [18] i porównując je z wartościami uzyskanymi w testach, można stwierdzić, że badane płytki znajdują zastosowanie do zespolenia odłamów kostnych, głównie w obszarach, które nie są narażone na zbyt duże obciążenia mechaniczne np.: w obrębie twarzoczaszki czy kości krótkich ręki.

Pewien zakres sprężystości cechujący płytki umożliwia mikroruchy odłamów, niwelując jednocześnie efekt przeszytnienia zespolenia oraz zapewnia odpowiedni rozkład naprężeń w odbudowującej się kości.

## Summary

The conducted tests and analysis of the results revealed that modification of the technical polylactide PLA with ceramics caused its tensile strength decrease, although at the same time it plasticized the material. On the other hand, the medical grade polylactide PL38 underwent the decrease in both strength and plasticity after the modifier application. Moreover, the geometry of the plate proved to be a key factor. More promising results were obtained for the plates with a stiffening rib on the upper side (R type). Such plates were three times more durable than the plates with a rib on the bottom side (N type). The location of a stiffening rib also influenced the characteristics of the crack occurring during the three-point bending test. Here the better results were also obtained for the R type plates, as the crack appeared always in the middle of the plate, but not in the critical cross section.

In comparison to the literature data concerning the mechanical characteristics of cortical bone (tensile strength 80-120 MPa and Young modulus 7-20 GPa; bending strength 130-240 MPa and Young modulus  $E$  9-16 GPa) [18] our results confirm that the tested plates may be applied for osteosynthesis, mainly in the areas exposed to low loads, e.g. the craniofacial bones, metacarpal bones or phalanges.

A certain range of elasticity of the plate allows micro-movements of the bone fragments hence stresses are distributed on the healing bone and stress shielding effect is annihilated. Although active ceramics incorporated into the polylactide matrix slightly lower its mechanical properties, they are also released on the site of the recovery.



Wprowadzone do polilaktydu aktywne dodatki ceramiczne, co prawda obniżają nieznacznie jego właściwości mechaniczne, jednak zgodnie z doniesieniami literaturowymi wraz z resorbującą matrycą będą uwalniane w leczonym miejscu. Tym samym będą wpływać korzystnie i przyspieszają na procesy zdrowienia i odbudowy ciągłości tkanki kostnej. Zatem oprócz mechanicznego pozycjonowania odłamów kostnych płytka będzie posiadać dodatkową funkcję wspomagającą leczenie złamania.

Dodatkową przesłanką przemawiającą na korzyść stosowania kompozytowych płytek do zespołów kostnych jest łatwość ich formowania, zwłaszcza przy zastosowaniu metody wtrysku, która cechuje się dużą wydajnością, powtarzalnością procesu, wysoką dokładnością i tolerancją wymiarową, wysokim stopniem homogenizacji materiału oraz możliwością wytwarzania wyprasek o skomplikowanych kształtach. Dzięki zastosowaniu wtryskarki, w jednym procesie, otrzymuje się płytkę gotową do implantacji bez konieczności zastosowania obróbki wykańczającej, co przy produkcji masowej, przekłada się bezpośrednio na niski jednostkowy koszt produkcji. Biorąc powyższe pod uwagę można stwierdzić, że wielofunkcyjne płytki kompozytowe będą stanowić silną konkurencję dla powszechnie stosowanych płytek metalowych.

## Podziękowania

*Badania wykonano przy współpracy z firmą MEDGAL w ramach projektu badawczo-rozwojowego: „Opracowanie i wdrożenie technologii produkcji innowacyjnych implantów kostnych z kompozytów polimerowych” (POIG.01.04.00-20-003/10).*

Apart from the mechanical stabilization of the bone fragments, they facilitate the healing process and regeneration of the bone tissue.

The formability and the possibility of the composite fabrication is an additional advantage of injection moulding. This technique is also characterized by high efficiency, repeatability, precision, high level of the homogeneity of the material, and finally – the possibility to fabricate the plates with irregular shapes. When the injection moulding technique is applied, the ready-to-use implant is obtained. No final post-processing treatment is necessary, which makes the mass production economical. Taking into account all the above, it may be claimed that multifunctional resorbable composite plates may easily compete with commonly used metal implants.

## Acknowledgements

*The study was performed in collaboration with MEDGAL Company within the R & D project: „Elaboration and implementation of the production technology of innovative bone implants made of polymer composites” (POIG.01.04.00-20-003/10).*

## Pismienictwo

- [1] Mow V.C., Huiskes R. eds.: Basic orthopaedic biomechanics & mechano-biology. Lippincott Williams & Wilkins, 2005.
- [2] Bouloux G.F., Chen S., Threadgill J.M.: Small and large titanium plates are equally effective for treating mandible fracture. *J Oral Maxillofac Surg* 70 (2012) 1613-21.
- [3] Uthoff H.K., Poitras P., Backman D.S.: Internal plate fixation of fractures: short history and recent developments. *J Orthop Sci* 11 (2006) 118-126.
- [4] French H.G., Cook S.D., Haddad R.J.: Correlation of tissue reaction to corrosion in osteosynthetic devices. *J Biomed Mater Res* 18 (1984) 813-828.
- [5] Park K.T., Lee K.B.: Extensive metallosis caused by plate and screw construct for distal fibular fracture - a case report. *Journal of the Korean Fracture Society* 26 (2013) 147-150.
- [6] Edelstein Y., Ohm H., Rosen Y.: “Metallosis and pseudotumor after failed ORIF of a humeral fracture. *Bulletin of the NYU Hospital for Joint Diseases* 69 (2011) 188-191.
- [7] Kang R., Stern P.J.: Humeral nonunion associated with metallosis secondary to use of a titanium flexible humeral intramedullary nail: a case report. *J Bone Joint Surg [Am]* 84 (2002) 2266-2269.
- [8] Keegan G.M., Learmonth I.D., Case C.P.: Orthopaedic metals and their potential toxicity in the arthroplasty patient. *J Bone Joint Surg [Br]* 89B (2007) 567-573.
- [9] Hallab N., Merritt K., Jacobs J.J.: Metal Sensitivity in Patients with Orthopaedic Implants. *J Bone Joint Surg [Am]* 83 (2001) 428.
- [10] Frost H.M.: Wolff's Law and bone's structural adaptations to mechanical usage: an overview for clinicians. *Angle Orthod.* 64 (1994) 175-188.
- [11] Kramp B., Bernd H.E., Schumacher W.A., Blynow M., Schmidt W., Kunze C., Behrend D., Schmitz K.P.: Poly-beta-hydroxybutyric acid (PHB) films and plates in defect covering of the osseous skull in a rabbit model. *Laryngorhinootologie* 81 (2002) 351-356.

## References

- [12] Nair L.S., Cato T.L.: Biodegradable polymers as biomaterials. *Progress in Polymer Science* 32 (2007) 762-798.
- [13] Morawska-Chochół A., Jaworska J., Chłopek J., Kasperczyk J., Dobrzyński P., Paluszkiwicz C., Bajor G.: Degradation of poly(lactide-co-glycolide) and its composites with carbon fibres and hydroxyapatite in rabbit femoral bone. *Polymer Degradation and Stability* 96 (2011) 719-726.
- [14] Szaraniec B.: Durability of biodegradable internal fixation plates. *Materials Science Forum* 730-732 (2013) 15-19.
- [15] Bartkowiak-Jowska M., Kwiatkowska A., Będziński R., Pezowicz C., Filipiak J., Szaraniec B., Chłopek J.: Mechanical properties and dynamics of degradation of polylactide matrix composites with calcium and sodium alginate fibers. *Journal of Composite Materials* 48 (2014) 815-824.
- [16] Morawska-Chochół A., Domalik-Pyzik P., Chłopek J., Szaraniec B., Sterna J., Rzewuska M., Boguń M., Kucharski R., Mielczarek P.: Gentamicin release from biodegradable poly-L-lactide based composites for novel intramedullary nails. *Materials Science and Engineering C, Biomimetic Materials, Sensors and Systems* 45 (2014) 15-20.
- [17] Szaraniec B., Gryń K., Szponder T., Żylińska B.: Biodegradable fixation plates for veterinary medicine. *Engineering of Biomaterials* 125 (2014) 30-36.
- [18] Yuehuei A.H., Draughn R.A.: *Mechanical Testing of Bone and the Bone-Implant Interface*. CRC Press LLC 2000 ISBN 0-8493-0266-8.