

## PROJEKTOWANIE WŁASNOŚCI RESORBOWALNYCH, METALICZNYCH IMPLANTÓW KOSTNYCH – ZASTOSOWANIE W WARUNKACH *IN VIVO*

FRIEDRICH-WILHELM BACH\*, RAFAEL KUCHARSKI\*, DIRK BORMANN\*, DIETER BESDO\*\*, SILKE BESDO\*\*, CHRISTIAN HACKENBROICH\*\*\*, FRITZ THOREY\*\*\*\*, ANDREA-MEYER-LINDENBERG\*\*\*

\* INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE, SCHÖNEBECKER ALLEE 2, 30823 GARBSEN, GERMANY

\*\* INSTITUT FÜR KONTINUUMSMECHANIK, APPELSTRASSE 11, 30167 HANNOVER, GERMANY

\*\*\*DEPARTMENT OF ORTHOPAEDIC SURGERY, HANOVER MEDICAL SCHOOL, HANOVER, GERMANY

\*\*\*\*CLINIC FOR SMALL ANIMALS, UNIVERSITY OF VETERINARY MEDICINE HANOVER, FOUNDATION, GERMANY

E-MAIL: BACH@IW.UNI-HANNOVER.DE

### Streszczenie

Celem pracy było określenie stopnia zrostu zwierzęcej kości udowej w warunkach *in vivo*. Badania przeprowadzono poprzez wykorzystanie metody badania stopnia sztywności w warunkach wzrostu wartości siły w czteropunktowym ugięciu. Do badania zakwalifikowano grupę zwierząt doświadczalnych rasy królik nowozelandzki (New Zealand Rabbit). W pierwszej fazie badań jak wszczepy zastosowano materiały kontrolne z PLA. Wyniki badań określają zakres możliwości zastosowania w chirurgii kostnej materiałów na ubytki kostne wykonanych z resorbowalnych struktur na bazie stopów magnezu. W pracy przedstawiono ponadto metodykę wytwarzania oraz kontrole jakości procesu wytwarzania struktur magnezowych z porami otwartymi z zastosowaniem na implanty w chirurgii kostnej. Tak określone materiały implantacyjne zostaną przebadane w drugiej fazie badań w warunkach *in vivo* metoda określenia stanu sztywności w czteropunktowym ugięciu. Badania umożliwią pełne określenie wpływu implantów na czas i warunki osteosyntezy.

**Słowa kluczowe:** gąbki magnezowe, metodyka wytwarzania, kontrola jakości, badania w warunkach *in vivo*, badania własności mechanicznych.

[Inżynieria Biomateriałów, 56-57,(2006),54-58]

### Wstęp

Zastosowanie nowych implantów kostnych wytworzonych na bazie stopów magnezu stwarza nowe możliwości dla leczenia ubytków kostnych. Stopy magnezu poprzez możliwość kontrolowanej resorpcji w warunkach pracy w płynach fizjologicznych w najbliższej przyszłości znajdują zastosowanie kliniczne jako materiał na implanty czasowe [1,2]. Implanty te po spełnieniu swojej funkcji stabilizacyjno-leczniczej zostają w sposób naturalny usunięte (resorpcja) z organizmu [3,4]. Powyższa właściwość stwarza oprócz zalet zdrowotnych dla pacjenta także oszczędności finansowe związane z ominięciem zabiegu reimpalcacji[5]. Na bazie materiału resorbowalnego, jakim są stopy magnezu wytworzono strukturę z porami otwartymi z zewnętrzną warstwą litą wzorując się na spongiosie i kortikalis kości natu-

## DESIGN OF RESORPTION PROPERTIES OF THE METAL BONE IMPLANTS – APPLICATION *IN VIVO*

FRIEDRICH-WILHELM BACH\*, RAFAEL KUCHARSKI\*, DIRK BORMANN\*, DIETER BESDO\*\*, SILKE BESDO\*\*, CHRISTIAN HACKENBROICH\*\*\*, FRITZ THOREY\*\*\*\*, ANDREA-MEYER-LINDENBERG\*\*\*

\* INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE, SCHÖNEBECKER ALLEE 2, 30823 GARBSEN, GERMANY

\*\* INSTITUT FÜR KONTINUUMSMECHANIK, APPELSTRASSE 11, 30167 HANNOVER, GERMANY

\*\*\*DEPARTMENT OF ORTHOPAEDIC SURGERY, HANOVER MEDICAL SCHOOL, HANOVER, GERMANY

\*\*\*\*CLINIC FOR SMALL ANIMALS, UNIVERSITY OF VETERINARY MEDICINE HANOVER, FOUNDATION, GERMANY

E-MAIL: BACH@IW.UNI-HANNOVER.DE

### Abstract

The purpose of the dissertation was to optimize the casting method of producing the magnesium alloy implants for the purpose of filling bone defects. Characteristics of the resulting material structure were tested using computer micro-tomography. Also the mechanical properties were tested. The results obtained had a direct impact on the design of the size of pores and thickness of internal walls of the spongy metallic materials. The dissertation also presents the methodology and results of the testing adhesion of the animal femoral bone *in vivo*. The evaluation of the bone reconstruction was performed using the method of four-point bending. The tests were carried out on the New Zealand Rabbit experimental animals. First stage of the tests concerned measuring of the stiffness *in vivo*, in which the PLA control materials were used. The research results obtained *in vivo* set out the possibilities of designing resorbing structures with open pores derived on the basis of magnesium alloys for the purpose of the application in the bone surgery as filling materials for bone defects.

**Key words:** magnesium sponges, manufacturing method, quality control, *in vivo* research, mechanical properties examination

[Inżynieria Biomateriałów, 56-57,(2006),54-58]

### Introduction

Applying new osseous implants based on magnesium alloys brings new possibilities in bone losses treatment. Due to possibility of controlled resorption in physiologic fluids, in the nearest future magnesium alloys will be applied as a material for temporary implants [1,2]. These implants after having fulfilled their stabilising and curing purpose, are naturally removed (resorbed) from the organism[3,4]. This feature, apart from wholesome advantages for the patient, also brings financial savings, due to avoiding the reimplantation intervention[5]. Based on resorbing magnesium alloy, a structure with open pores and solid outer layer was created. This structure is patterned upon spongiosis and kortikalis of the natural bone. To examine the influence of the implanted material on the bone healing process, osteotomy interventions were carried out on shank bones of

ralnej. Aby zbadać wpływ zaimplantowanego materiału na proces leczenia kości przeprowadzono u doświadczalnych osobników królika zabieg osteotomii kości podudzia (Tibiae) z udziałem implantu oraz bez udziału implantu.

Pomiar sztywności wykonywano w czasie całego procesu leczenia w warunkach in vivo określając wartości sił w czteropunktowym ugięciu.

## Material i metody

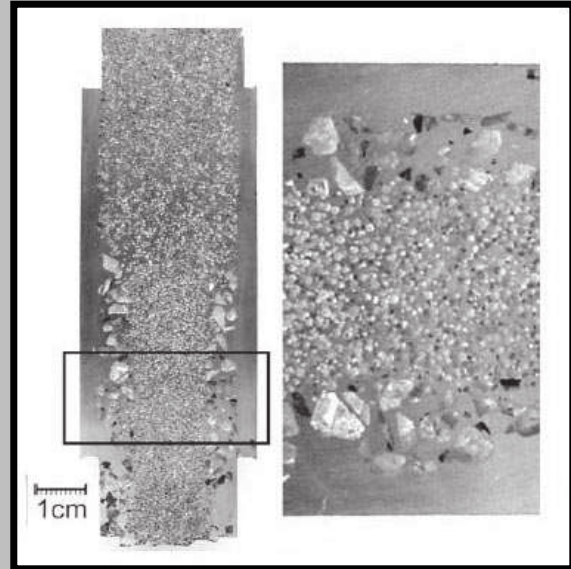
Metaliczne struktury z porami otwartymi wykonano metodą odlewniczą stosując wypełniacz ceramiczny. Jako wypełniacz zastosowano cząstki NaCl o wielkości 250 i 500µm. Jako materiału infiltrującego zastosowano stopy magnezu. Połączenia materiałów dokonano metodą odlewniczą infiltrując cząstki soli ciekłym metalem [6,7,8].

Otrzymany kompozyt: cząstki ceramiczne w osnowie stopu magnezu, przygotowano do nieniszczących badań kontroli jakości stopnia infiltracji. W tym celu wykonano cylindryczne próby o wysokości 10mm i średnicy 8mm w seriach z odlewów z pięciu stopów magnezu. Otrzymane w ten sposób cylindry przebadano metodą radiologiczną w urządzeniu µCT firmy Scanco Medical. W celu dokładniejszej kontroli jakości wybranych cylindrów zastosowano metodę mikroskopii skaningowej Mikroskopem Firmy Jeol przed i po chemicznym wypłukaniu fazy ceramicznej.

Ocenę wytrzymałości mechanicznej porowatych struktur przeprowadzono stosując metodę ściskania z jednostajną prędkością zgniotu (aparatura f-my Zwick) (RYS.3).

U wybranych przedstawicieli zwierząt doświadczalnych wykonano zabieg osteotomii prawej kości piszczelowej. Zabieg osteotomii został przeprowadzony przy wspomaganiu

experimental rabbit individuals with and without application of the implant. The rigidity measurements were taken during the whole process of healing in in vivo conditions. In the measurements force values were determined for four-point deflection.



RYS. 1.  
FIG. 1.

## Material and methods

Metallic structures with open pores were created using founding methods with ceramic filling. The filling were the NaCl particles of 250µm and 500µm size. The infiltrating material was the magnesium alloy. The materials merging was made with founding methods, infiltrating salt particles with the liquid metal [6,7,8].

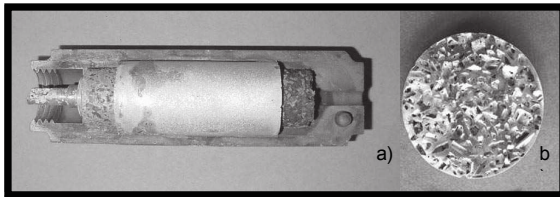
The obtained composite: ceramic particles In metallic matrix has been prepared for nondestructive quality control and the degree of infiltration. For this purpose, cylindric samples of 10 mm height and 8 mm diameter were manufactured in series of casting of five magnesium alloys. The obtained cylinders have been examined using radiologic methods in the Sanco Medical µCT device. For more precise control of selected cylinders, a scanning microscope method was applied with use of the JEOL microscope before and after chemical washing the ceramic phase out.

The mechanic strength of porous structures assessment has been taken using the method of compression with steady speed of deformation

On selected experimental animal individuals an osteotomy intervention on right tibia bone was carried out. The intervention was uniplanetary aided with internal stabilizers.

For measurements, the stabilizers have been dismantled. This allowed measuring the fracture during the entire process of healing with no influence of external agent (external stabilizer)

The aim of the research was to compare the influence of bone implants based on magnesium alloys and PLA implants on bone fracture healing. Until now, the research was carried out on a group of experimental animals without implants in osteotomy region and a group of animals with PLA polyactide control bars. The group of animals with magnesium bar implants will be examined in the further stage of research. First examinations were carried out 4 weeks after the implantation. During 6-7 weeks, twice a week force meas-

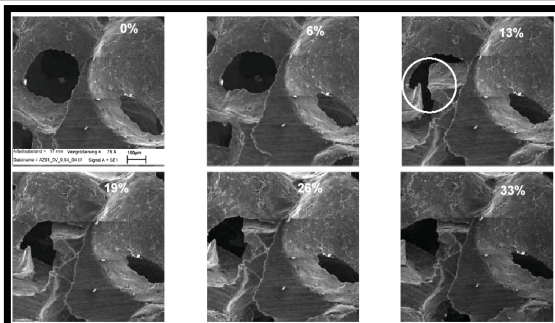


RYS. 2. a) Obraz kompozytu metal-ceramika w formie odlewniczej.

b) Obraz struktury z porami otwartymi.

FIG. 2. a) Metal-ceramic composite in casting mould.

b) Open pore structure.



RYS. 3. Gąbka wykonana ze stopu magnezu w poszczególnych fazach badania odporności na ściskanie.artymi.

FIG. 3. Sponge made of magnesium alloy in several phases of compressive strength

niu unipalnetarnym ze stabilizatorem zewnętrznym.

W czasie przeprowadzenia pomiaru zdemontowano stabilizator. Umożliwiło to wykonanie pomiaru fraktury w czasie całego procesu leczenia bez wpływu czynnika dodatkowego (stabilizator zewnętrzny).

Celem badania było porównanie wpływu wszczepianych implantów kostnych wytworzonych na bazie stopów magnezu i implantów z PLA na leczenie fraktury kości.

Do chwili obecnej badaniom poddano grupę doświadczalnych zwierząt bez implantu w przedziale osteotomii oraz grupę zwierząt z wszczepami prętów kontrolnych wykonanych z polilaktydu PLA. Grupa zwierząt z wszczepami z prętów magnezowych zostanie przebadana w dalszym etapie doświadczeń. Pierwsze badania przeprowadzono po 4 tygodniach od momentu zabiegu implantacyjnego. Przez okres 6-7 tygodni dwa razy w tygodniu wykonywano badania pomiaru siły w czteropunktowej próbie ugięcia.

Zwierzęta pod narkozą, leżały w pozycji brzusznej na zaadaptowanym do tego badania stole operacyjnym i poddane zostały zabiegowi osteotomii. Prawa kończyna dolna została podtrzymana od stawu kolanowego do stawu biodrowego (RYS. 6).

Pomiar sił przeprowadzano dostosowując odpowiednie obciążenie przez przyrząd przenoszący nacisk do prętów mocujących stabilizator zewnętrzny, położonych najbliżej miejsca osteotomii. Stanowisko pomiarowe umożliwilo zmianę zadanego obciążenia w przedziale co 25g. Na początku doświadczenia maksymalne obciążenie wynosiło 100g. W ciągu dalszego procesu leczenia wielkość obciążenia wzrosła do 500g.

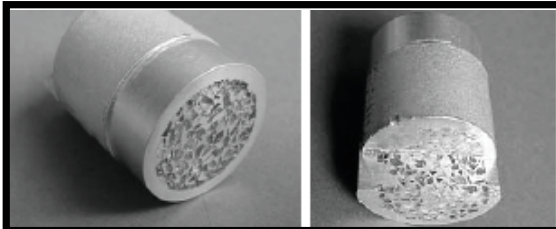
Wyniki pomiaru naprężeń i wartości ugięcia zostały zarejestrowane dla każdej z grup badanych zwierząt.

## Wyniki

W procesie odlewniczym (RYS.7) otrzymano struktury magnezowe o gradientowym rozłożeniu porów otwartych.

Kontrolę jakości otrzymanych struktur metalicznych na bazie pięciu wybranych stopów magnezu przeprowadzono stosując dwie metody. W metodzie pierwszej do oceny wytworzonych struktur z porami otwartymi użyto metody określenia naprężenia w stosunku do odkształcenia. Pierwsza metoda badań kontroli jakości otrzymanego wyrobu polegała na scharakteryzowaniu struktur gąbczastych poprzez wykreślenie zależności krzywej wartości odkształcenia w stosunku do wartości naprężenia metodą pomiaru wytrzymałości na ściskanie (RYS.8).

W każdej z przeprowadzonych prób określono w przedziale odkształcenia 10-20% charakterystyczną wartość plato dla materiałów porowatych niezależną od użytego

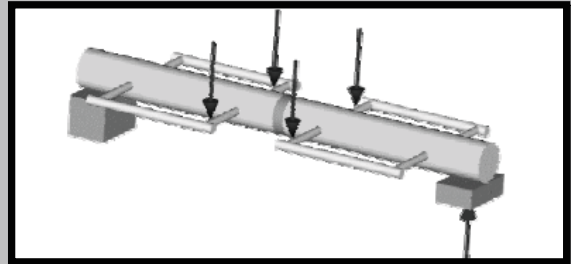


RYS. 7. Struktura z porami otwartymi przed usunięciem wypełnienia ceramicznego z zewnętrzną warstwą litą wykonaną na wzór kości naturalnej.

FIG. 7. Structure with open pores before removing the ceramic filling with solid outer layer, patterned upon a natural bone.

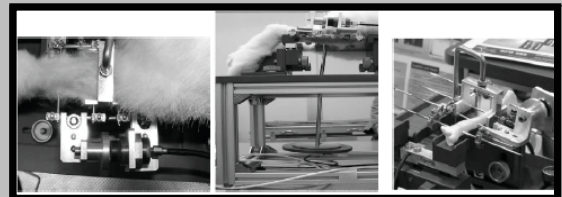


RYS. 4.  
FIG. 4.



RYS. 5. Schemat warunków przeprowadzenia badań w czteropunktowym ugięciu.

FIG. 5. Scheme for conditions of four-point deflection research.

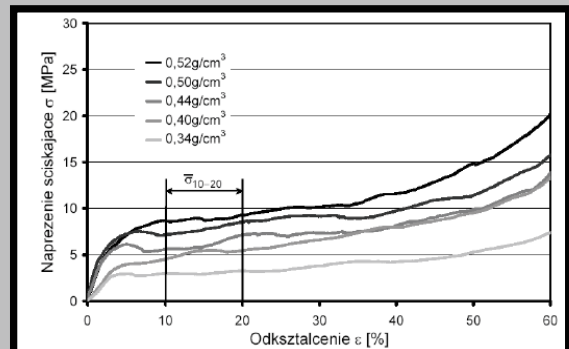


RYS. 6.  
FIG. 6.

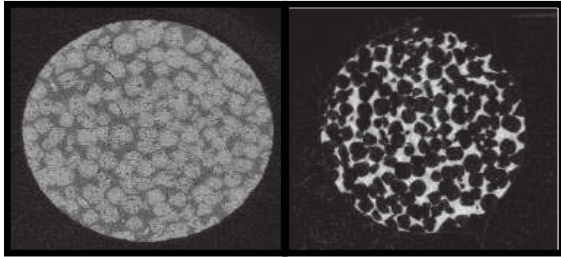
measurements in four-point deflection were made.

The anesthetized animals lying in ventral position on a specially adapted operating table were subjected to osteotomy intervention. The right hindlimb was held from a knee joint to a hip joint (FIG. 6).

Force measurement was carried out after adjusting the appropriate load by the device transmitting the load to the bars fixing the external stabilizer closest to the osteotomy region.



RYS. 8.  
FIG. 8.



RYS. 9.  
FIG. 9.

RYS. 10.  
FIG. 10.

materiału.

Do badań użyto stopów wg ASTM czystego magnezu oraz jego stopów: AM 20, AE 42, AM50, AM60.

Jako drugą metodę kontroli jakości, z uwagi na zalety badań nieniszczących jak i czas wykonania samego badania, wybrano metodę mikrotomografii komputerowej.

Badaniu poddano odlew stopu magnezu z wypełniaczem ceramicznym oraz odlew po usunięciu chemicznie wypełniacza (RYS. 9 i 10).

Badanie mikro-CT pozwala na dokładne określenie zawartości wypełniacza ceramicznego w gąbce magnezowej. Brak badań jakościowych na tym etapie procesu wytwarzania może wykazać bezużyteczność produktu w czasie dalszych badań czasu resorpcji. Wypełnienie ceramiczne NaCl w roztworze wodnym prowadzi do lokalnych ognisk korozyjnych dyskwalifikujących omawiany materiał jako wypełnienie ubytków kostnych.

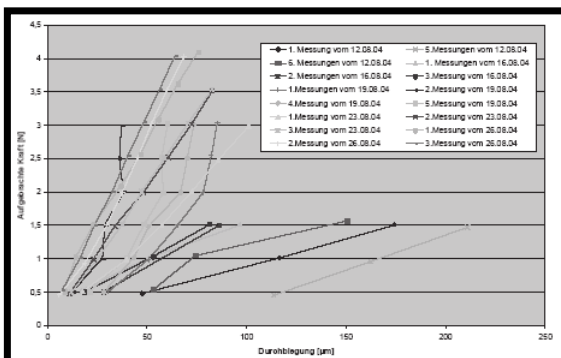
Z badań stanu sztywności (RYS.12 ) wynika, iż w czasie leczenia osteotomii wartość sztywności kości wzrasta. Widoczny jest również związek pomiędzy wartością siły a ugięciem, dla niewielkich obciążeń o przebiegu liniowym.

Obliczenia wartości sił ugięcia uzyskanych w dotychczasowych badaniach jako funkcje wyznaczające skuteczność leczenia złamania wykazują rozrzut wyników

Wykreślając linię trendu według polinomu trzeciego stopnia widoczna jest następująca prawidłowość: wartość sztywności wzrasta by później ulec stabilizacji a następnie znowu wzrastać.

## Dyskusja

Sposobem odlewniczym otrzymywano struktury porowate na bazie stopów magnezu. Optymalizacja procesu od-



RYS. 11. Wykres wartości siły w stosunku do wartości osiągniętego ugięcia u królika numer 316364 w okresie leczenia uszkodzenia kostnego. FIG. 11. Force in relation to deflection. Rabbit No 316364 during healing the bone damage.

The measurement station allowed changing the load every 50 grams. In the beginning of the experiment, the maximal load was 100 grams. During the healing process the value of load raised up to 500 grams. Tension measurement results and deflection values were recorded for each of the examined animals group.

## Results

In the casting process (RYS. 7) magnesium structures of gradient distribution of open pores were obtained.

The quality control of the metallic structures based on five magnesium alloys was carried out with the use of two methods. In the first case, for assessment of the structures with open pores a method of determining tension in relation to distortion was used (FIG. 8).

In every test, within 10-20% distortion a characteristic value of plateau for porous materials, independent on the material used was determined. The following ASTM alloys were used: AM 20, AE 42, AM50, AM60 and pure magnesium.

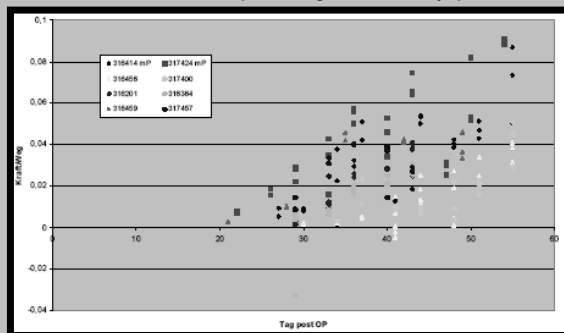
Due to advantages of non-destructive examinations, as well as the short time of the very examination, a computer assisted microtomography method has been chosen. The method was applied for examining the state of the magnesium alloy with the ceramic filling and after removing the filling. The CAmT examination allows precise determining content of the ceramic filling in the magnesium sponge. Lack of qualitative examinations in this stage of manufacturing may cause the product to be useless during resorption time research. Ceramic NaCl filling in water solution causes formation of local corrosion centres, which disqualify the material as a filling of bone losses.

The research on rigidity state (RYS. 11) reveals that during the osteotomy healing the value of bone rigidity increases. Also a relation between the force value and deflection for low linear loads is visible.

The calculations of deflection forces obtained in the up to the present research as functions determining effectiveness of healing of the fracture results to be scattered. After plotting the third degree polynomial trend line, the following rule is visible: The rigidity increases, then stabilizes and finally increases again.

## Discussion

Using foundry methods, magnesium alloy porous structures were obtained. Optimizing the foundry process as-



RYS. 12. Obliczenia wartości sił ugięcia uzyskanych w dotychczasowych badaniach jako funkcje wyznaczające skuteczność leczenia złamania.

FIG. 12. Calculations of the forces of deflection obtained on the up to present research as functions determining effectiveness of healing the fracture.

lewniczego zapewnia powtarzalność i wysoką jakość uzyskanych gąbek magnezowych. Celem charakteryzacji otrzymanych gąbek magnezowych materiał poddano badaniom mechanicznym w próbie wytrzymałości na ściskanie. Próba częściowo symuluje warunki późniejszej pracy gąbek magnezowych jako implanty na wypełnienia ubytków kostnych w organizmie. Kontrola jakości wykonania implantów dzięki technice  $\mu$ CT pozwalają na optymalizację procesu wykonania gąbek magnezowych.

Badania sztywności kości metodą czteropunktowego ugięcia wskazują na wzrost wartości sztywności u wszystkich przebadanych zwierząt. Rozrzut wyników może być efektem różnic anatomicznych u poszczególnych osobników. Ponadto zaobserwowano, że przy blisko połowie przebadanych zwierząt z wszczepionymi prętami wykonanymi z PLA wzrost wartości sztywności ugięcia następował szybciej niż u zwierząt kontrolnych bez prętów z PLA. Powyższe wyniki wskazują na korzystny wpływ biodegradowalnych implantów na proces zrostania się kości. Pozwala to sądzić, że zastosowanie porowatych struktur metalicznych na bazie stopów magnezu jako implantów czasowych będzie wpływać na znaczny wzrost wartości sztywności kości a tym samym na przyspieszenie przebiegu leczenia.

## Podziękowania

*Autorzy dziękują za pomoc i wsparcie Niemieckiej Wspólnoty Naukowej.*

## Piśmiennictwo

- [1] Hayes, W.C.; Bouxsein, M.L.: Biomechanics of Cortical and Trabecular Bone: Implications for Assessment of Fracture Risk. In: Basic Orthopaedic Biomechanics, Editors: Mow, V.C.; Hayes, W.C. Lippincott-Raven Publishers, Philadelphia, 1997  
 [2] Nie2004 Unterlagen zur Vorlesung "Biokompatible Werkstoffe", PD Dr.-Ing. M. Niemeyer, 2004  
 [3] Kam+2000 Magnesium Taschenbuch, Aluminium-Verlag Düsseldorf, 2000

sures repeatability and high quality of the obtained magnesium sponges. To characterize the obtained sponges, the material has been subjected to mechanical compression strength tests. The test in some way simulates conditions of future sponge performance in the organism. Quality control of the implant allows, thanks to Cant, optimizing the manufacturing process for the magnesium sponges.

The examination of rigidity with the use of four-point deflection marks the increase of rigidity in all cases of the examined animals. The scatter of the results may be the effect of anatomic differences of every individual. Moreover, it has been observed, that for almost half of the animals with the PLA bars implanted the rigidity increase was faster than for the control animals without the PLA bars. The results presented above show positive influence of biodegrading implants on the process of bone healing. This allows assuming, that applying porous metallic structures based on magnesium alloys as temporary implants will influence the significant increase of bone rigidity and thus hastening the healing process.

## Acknowledgements

*The authors wish to thank for help and support to the German Scientific Collectivity.*

## References

- [4] Gro2003 Offenporige Metallstrukturen nach dem Platzhalterverfahren.  
 [5] Bach Fr.-W., Bormann D., Kucharski R., Wilk P.: Production and Properties of Foamed Magnesium; Cellular Metals and Polymers, Eds.: R. F. Singer, C. Körner, V. Altstädt, H. Münstedt, Trans Tech Publications, Zuerich 2005, S. 77-80.  
 [7] Bach Fr.-W., Bormann D., Kucharski R. November Colloquium 2005.  
 [8] Bach F, Bormann D., Kucharski R., Jendras M., Windhagen M., Hackenbroich Ch., Krause A., Meyer-Lindenberg A. "Resorbierbare, metallische Implantate kostne".

## MAGNEZOWE STRUKTURY HYBRYDOWE W ZASTOSOWANIU NA LECZENIE UBYTKÓW KOSTNYCH

FRIEDRICH-WILHELM BACH, RAFAEL KUCHARSKI, DIRK BORMANN

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE,  
 SCHÖNEBECKER ALLEE 2, 30823 GARBSEN, GERMANY  
 E-MAIL: BACH@IW.UNI-HANNOVER.DE

### Streszczenie

*W pracy wykazano możliwość wytwarzania hybrydowych struktur składających się z litego materiału oraz otaczających jego powierzchnie ugrupowań z materiału porowatego z porami otwartymi wytworzonych na bazie stopów magnezu. Otrzymane w ten sposób struktury wytworzono metodą odlewniczą infiltrując wypełnienie ceramiczne. Przedstawiono ko-*

## MAGNESIUM COMPOUND STRUCTURES FOR THE TREATMENT OF BONE DEFECTS

FRIEDRICH-WILHELM BACH, RAFAEL KUCHARSKI, DIRK BORMANN

INSTITUTE OF MATERIALS SCIENCE,  
 SCHÖNEBECKER ALLEE 2, 30823 GARBSEN, GERMANY  
 E-MAIL: BACH@IW.UNI-HANNOVER.DE

### Abstract

*The dissertation demonstrates possibilities of producing one-phase compound structures on the basis of magnesium alloys composed of solid material, partially or wholly wrapped in the porous external layer.*

*Compound moulders were produced using the casting method with the application of ceramic filler (NaCl) infiltration. Characteristics of the compounds obtained*