

# WYTRZYMAŁOŚĆ ZMĘCZENIOWA WIELOFUNKCYJNEJ RESORBOWALNEJ PŁYTKI KOMPOZYTOWEJ W SYMULOWANYCH WARUNKACH BIOLOGICZNYCH

KAROL GRYŃ\*, BARBARA SZARANIEC, JAN CHŁOPEK

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

## Streszczenie

Artykuł jest kolejną częścią prezentującą wyniki badań mechanicznych wielofunkcyjnych resorbowlanych płytek zespalających. Testy dotyczyły wyznaczenia wytrzymałości zmęczeniowej płytek zespalających w warunkach symulujących rzeczywiste warunki pracy. Określenie tego parametru, zwłaszcza w elementach poddawanych obciążeniom zmiennym w czasie, jest bardzo ważne ze względu na możliwość wystąpienia w materiale zmian strukturalnych np.: umocnienia odkształceniowego czy rozwoju defektów prowadzących do zniszczenia elementu. Materiały kompozytowe o osnowie polimerowej modyfikowane cząstkami ceramicznymi są stosunkowo czułe na tego typu obciążenia.

Kolejnym aspektem, który musi być uwzględniony przy opisie i charakterystyce mechanicznej przedmiotowych implantów jest środowisko, w jakim się one docelowo znajdują. Temperatura, pH oraz skład chemiczny to czynniki bezpośrednio wpływające na sposób i tempo degradacji polimeru resorbowlanego. Degradacja z kolei wpływa na charakterystyki wytrzymałościowe osłabiając materiał.

W prezentowanych badaniach zastosowano modelowe zespolenie, w którym rolę odłamów kostnych pełniły specjalnie przygotowane bloczki z PMMA, do których za pomocą śrub metalowych przymocowana była testowana płytka. Tak przygotowany układ mocowano w maszynie zmęczeniowej i poddawano cyklicznemu rozciąganiu. Zastosowano dwa warianty badania: pierwsze, gdzie modelowe zespolenie obciążano „na sucho” bez obecności płynów symulujących środowisko biologiczne; i drugi, gdzie modelowe zespolenie umieszczano w zamkniętym zbiorniku, wypełnionym płynem symulującym środowisko biologiczne. Jako medium zastosowano płyn Ringera podgrzewany do temperatury  $\sim 37^{\circ}\text{C}$ .

Na podstawie otrzymanych wyników stwierdzono, że płytki badane „na sucho”, cechowały się inną charakterystyką niż płytki wystawione na oddziaływanie symulowanego środowiska biologicznego.

**Słowa kluczowe:** płytka zespalająca, implant wielofunkcyjny, symulowane środowisko biologiczne, wytrzymałość zmęczeniowa, czas życia

[Inżynieria Biomateriałów 147 (2018) 21-30

# FATIGUE STRENGTH TESTS OF MULTIFUNCTIONAL RESORBABLE COMPOSITE PLATES IN SIMULATED BIOLOGICAL CONDITIONS

KAROL GRYŃ\*, BARBARA SZARANIEC, JAN CHŁOPEK

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

## Abstract

The article is part of a series of publications presenting the results of mechanical tests of multifunctional resorbable fixation plates. Tests were conducted on prototype plates in conditions simulating natural biological environment. The examinations were meant to assess the so-called “implant working time” or fatigue strength of the fixation plates. This parameter is particularly important in the case of elements subjected to time-varying loads due to the possibility of alterations to the material structure, strain strengthening or development of defects leading to the implant failure.

Composite materials consisting in a polymer matrix modified with ceramic particles are quite sensitive to variable loads. Moreover, the complex geometry of the tested plates makes them more vulnerable to destruction with the critical cross-sections located at the fixing holes. Another key aspect is the biological environment where the implants will perform their functions. The temperature, pH and chemical composition are factors directly affecting the way and rate of degradation of the resorbable polymer. Degradation affects the strength characteristics, obviously weakening the material.

The tests were performed on a model composed of PMMA blocks playing the role of bones with the tested plate attached with metal screws. The model was mounted in a fatigue machine and subjected to cyclic stretching. Two variants of the examinations were performed. Firstly, the model was tested in “dry” conditions; secondly - in a closed container filled with fluids simulating the biological environment (the Ringer's solution heated to  $\sim 37^{\circ}\text{C}$  used as the medium).

The results revealed that the plates tested in “dry” conditions were endowed with different characteristics as compared to the plates exposed to the simulated biological environment.

**Keywords:** fixation plate, osteosynthesis, multifunctional implant, simulated biological environment, fatigue strength, working time

[Engineering of Biomaterials 147 (2018) 21-30]

Zastosowanie konwencjonalnej płytki w zespoleniu odłamów kostnych ma na celu zbliżenie ich do siebie oraz stabilne unieruchomienie [1-3]. Dąży się do odtworzenia ciągłości złamanej kości oraz przywrócenia jej funkcji. Opracowany resorbowalny implant jest nowatorski ze względu na swoją wielofunkcyjność i biodegradowalność [3-7]. Jego idea zakłada nie tylko trwałą mechaniczną stabilizację zespolenia, ale również kontrolowane, zwiększające się w czasie przenoszenie obciążeń mechanicznych z implantu na odbudowującą się tkankę kostną. Jednocześnie, wraz z degradacją osnowy polimerowej, mają się uwalniać z implantu nanocząstki ceramiczne poprawiające i przyspieszające naturalne procesy kościotwórcze [3,4]. Procesy degradacji, jakim podlegają w organizmie polimery resorbowalne, są ściśle związane m.in. z oddziaływaniem płynów ustrojowych oraz podwyższoną temperaturą [3-6]. Dodatkowo, w zależności od lokalizacji leczonego miejsca, płytka może być poddana różnym stanom naprężeniowo-odkształceniowym [7,11-14].

W celu zbadania jednoczesnego wpływu zmiennych obciążeń oraz środowiska biologicznego na czas życia implantu, przeprowadzono badania zmęczeniowe modelowego zespolenia przy użyciu płytek typu I wykonanych z polimeru resorbowalnego PLA oraz kompozytu PLA modyfikowanego bioceramicznymi proszkami TCP i HAp. Testy prowadzono w warunkach symulujących warunki pracy implantu (skład chemiczny, pH, temperatura). Zastosowano schemat cyklicznego jednoosiowego rozciągania w obecności ogrzanego płynu symulującego środowisko biologiczne.

## Materiały i metody

### Płytki zespalające

Do wytworzenia płytek zespalających użyto opracowane wcześniej kompozyty [15] składające się z polimerowej matrycy modyfikowanej cząstkami bioceramicznymi. Wykorzystano amorficzny polimer resorbowalny poli(L-laktidu) (PLA Ingeo 3251D, Nature Works LLC USA), do którego wprowadzono odpowiednią ilość (nieprzekraczającą sumarycznie 8% wag.) mikrometrycznego proszku fosforanu trójwapnia  $\beta$ -TCP (Chema Elektromet) oraz nanometrycznego hydroksyapatytu HAp (Chema Elektromet). Oba proszki posiadały dopuszczalnie do zastosowań medycznych. Większe udziały objętościowe dodatków powodowały zatykanie się dyszy wtryskarki zatrzymując proces wtrysku.

Prototypy implantów wytworzono przy pomocy wtryskarki pionowej Multiplas V4-S-15N wyposażonej w ślimakowy układ uplastyczniająco-homogenizujący. Granulat polimerowy wraz z dodatkami bioceramicznymi zasypało do pojemnika wtryskarki. Po ogrzaniu wsadu do temp. 160°C homogenizowano go poprzez mieszanie ślimakiem wtryskarki. Tak przygotowany materiał wtryskiwano do formy. Dane technologiczne zamieszczono w TABELI 1.

## Introduction

A conventional plate is used to bring together and immobilize bone fragments in case of bone fractures. Its function is to recreate the continuity of the broken bone and restore its function [1-3]. The developed resorbable implant is innovative due to its multifunctionality and biodegradability [3-7]. The concept assumes not only permanent mechanical stabilization but also controlled and gradually increasing transmission of mechanical loads from the implant to the reconstructing bone tissue. Simultaneously, while the polymer matrix is degrading, ceramic nanoparticles which improve and accelerate natural osteogenic processes are being released from the implant [3,4]. Implanted resorbable polymers undergo degradation processes due to the influence of body fluids and elevated temperature [3-6]. Additionally, the fixation plate is subjected to various stress-strain loads depending on the location of the fracture [7,11-14].

Fatigue tests of the model were performed to assess the combined effect of variable loads and the biological environment on the implant's working time. A few types of plates were designed for the examinations. The type I plate was based on resorbable PLA and PLA modified with bioceramic TCP and HAp powders. The tests were performed in conditions simulating the implant's working conditions (chemical composition, pH, temperature). A cyclic uniaxial stretching diagram was used in the presence of heated fluid simulating the biological environment.

## Materials and Methods

### Fixation plates

The previously developed composites [15] consisting of a polymer matrix modified with bioceramic particles were used to make the fixation plates. An amorphous poly (L-lactide) resorbable polymer (PLA Ingeo 3251D, Nature Works LLC USA) was enriched with an appropriate amount (not more than 8wt%) of the  $\beta$ -TCP tricalcium phosphate powder (Chema Elektromet) and HAp nanoparticle hydroxyapatite powder (Chema Elektromet). Higher content of powders makes injection moulding process impossible due to injection nozzle clogging. Both powders were approved for medical use. Implant prototypes were created using a Multiplas V4-S-15N vertical injection moulder equipped with a screw plasticizing-homogenizing system. Technological data is provided in TABLE 1.

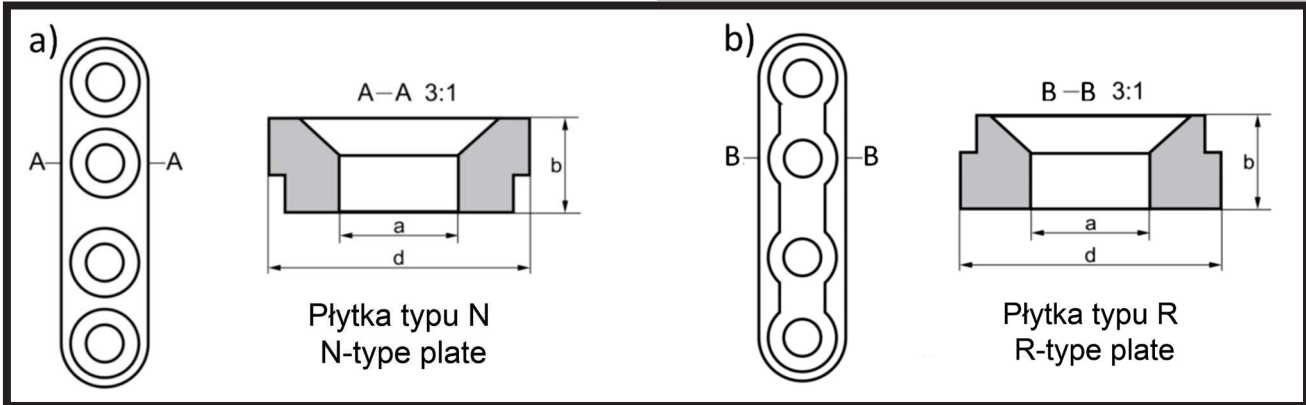
The four-hole plates characterized by the length of 29 mm, width 7 mm, thickness 2 mm, bore diameter 3 mm and the conical socket for the fastening screw head were prepared for the tests from the following materials: the reference samples were pure polymer plates, i.e. polylactide (PLA) while the composite samples were based on PLA and bioceramic additives - TCP and HAp (PLA/TCP/HAp). Polymer granulate combined with bioceramic modifiers was applied to the heating chamber of the injection moulding machine.

TABELA 1. Parametry technologiczne otrzymywania (wtrysku) czterootworowych mini płytek I.  
TABLE 1. Technological parameters of injection moulding process of the four-hole I-shaped plates fabrication.

Material 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

\* ciśnienie w hydraulicznym siłowniku ślimakowo-tłokowym wtryskarki

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



**RYS. 1. Prototypowa płytki i jej przekrój poprzeczny: a) typ N – żeberko wzmacniające na dolnej powierzchni; b) typ R – żeberko wzmacniające na górnej powierzchni.**  
**FIG. 1. Two types of prototypes of the plate and their cross-section: a) N-type with strengthening rib on the bottom side; b) R-type with strengthening rib on the upper side.**

Do badań przygotowano płytki czterootworowe o kształcie litery I (dł. 29 mm, szer. 7 mm, gr. 2 mm, średnica otworu 3 mm, stożkowe gniazdo pod łeb śruby mocującej) z następujących materiałów: próbki odniesienia stanowiły płytki z czystego polimeru tj. polilaktydu (PLA); próbki kompozytowe bazowały na osnowie z PLA oraz dodatkach bioceramicznych tj: TCP i HAp (PLA/TCP/HAp). Ponieważ nie istnieją wytyczne dotyczące projektowania kształtu kompozytowych płytek zespalających, zaadoptowano i odpowiednio zmodyfikowano geometrię czterootworowej płytki zespalającej wykonanej ze stali 316L (postępowanie jest przedmiotem zgłoszenia patentowego). Przygotowany projekt płytki uwzględniał zastosowanie tzw. żeberka wzmacniającego. Miało ono na celu poprawienie charakterystyk mechanicznych i redukcję przekroju, a zlokalizowanie go na dolnej stronie płytki zmniejszyć powierzchnię jej kontaktu z kością, czyniąc oddziaływanie mniej inwazyjnym. Aby zweryfikować przyjęte założenia projektowe z każdego rodzaju materiału wykonano dwa warianty geometryczne różniące się między sobą położeniem żeberka wzmacniającego (RYS. 1). Zastosowano następujące oznaczenia: płytka I typu N posiadała żeberko wzmacniające po stronie mocowania do odłamu kostnego (RYS. 1a), natomiast w płytce I typu R po stronie przeciwnej (RYS. 1b).

#### Badania zmęczeniowe

W celu wyznaczenia wytrzymałości zmęczeniowej implantów przeprowadzono badania cyklicznego rozciągania zgodne z normą PN-EN ISO 527-1:2012 [16]. Aby uzyskać dane potrzebne do zaprojektowania testów zmęczeniowych, konieczne było wyznaczenie charakterystyk wytrzymałościowych płytek w próbie statycznego jednoosiowego rozciągania. Przeprowadzono je zgodnie z normą PN-EN ISO 527-1:2012. Badania zrealizowano na maszynie wytrzymałościowej Zwick 1435, sprzężonej z oprogramowaniem TextExpet v8.1. Prędkość przesuwu trawersy ustalono na 20 mm/min. Na podstawie uzyskanych wyników określono: odkształcenie przy maksymalnej sile  $\epsilon_{F_{max}}$ , wytrzymałość na rozciąganie  $R_m$  oraz moduł Younga E (TABELA 2).

It was heated up to 160°C and homogenized with rotating screw. After homogenisation material was injected into the mold.

There are no designing guidelines for composite plates for osteosynthesis. That is why standard directions for designing the metal four-holes plate were adapted and modified (patent pending). The design of the four-hole composite plate included so called strengthening rib. It was designed for increasing the mechanical properties of the plate, reducing its dimensions and also, when strengthening rib is located on the bottom part of the plate the contact surface between bone and plate is smaller. To verify design assumptions two types of fixation plates were made from each type of the material, differing in the position of the reinforcing rib (FIG. 1). The following markings were used: the N-shaped plate had a reinforcing rib on the bottom side (FIG. 1a), whereas in the R-shaped plate on the upper side (FIG. 1b).

#### Fatigue strength tests

In order to determine the fatigue strength of the implants, cyclic extension tests were carried out in accordance with the PN-EN ISO 527-1: 2012 standard [16]. To obtain the data needed to design fatigue tests, it was necessary to determine the strength characteristics of the plates in the static uniaxial stretching test. These were performed in accordance with the PN-EN ISO 527-1: 2012 standard. The research was carried out on a Zwick 1435 testing machine, coupled with the TextExpet v8.1 software. The traverse speed was set at 20 mm/min. On the basis of the obtained results, the following values were determined: strain at maximum force  $\epsilon_{F_{max}}$ , tensile strength  $R_m$  and Young's modulus E (TABLE 2).

**TABELA 2. Zestawienie wyników próby statycznego jednoosiowego rozciągania. Płytki mocowano do bloczków z PMMA momentem dokręcającym wynoszącym:  $M_{dokr} = 60\% M_{max}$ .**

**TABLE 2. Uniaxial tensile test results. Plates were fixed to the PMMA blocks with suitable tightening torque:  $M_t = 60\% M_{max}$ .**

Wielkość Parameter		Płytki / Plate	
		PLA	PLA/TCP/HAp
Wytrzymałość na rozciąganie Tensile strength $R_m$ [MPa]	N	45.83 ± 1.62	45.51 ± 2.2
	R	38.53 ± 1.64	47.74 ± 3.03
Moduł Younga Young's Modulus E [GPa]	N	6.28 ± 0.36	6.21 ± 0.54
	R	6.16 ± 0.69	5.98 ± 0.63
Wydłużenie przy max. sile Maximal elongation $\epsilon_{F_{max}}$ [mm]	N	1.53 ± 0.05	1.58 ± 0.23
	R	1.3 ± 0.18	1.39 ± 0.4



**TABELA 3. Wartości amplitudy cyklicznego rozciągania próbek przyjęte w testach zmęczeniowych.**  
**TABLE 3. Cyclic deformation values used in fatigue tensile tests.**

Wartość odkształcenia (amplitudy) zastosowanego w testach cyklicznego rozciągania odniesiona do $\epsilon_{Fmax}$ Cyclic deformation values (amplitude) used in fatigue tensile tests $\epsilon_{Fmax}$	PLA			PLA/TCP/HAp			
	50%	40%	30%	50%	40%	30%	
Wartość odkształcenia (amplitudy) zastosowanego w testach cyklicznego rozciągania [mm] Cyclic deformation values (amplitude) used in fatigue tensile tests [mm]	N	0.77	0.61	0.46	0.79	0.63	0.47
	R	0.65	0.52	0.39	0.70	0.68	0.42

### Wytrzymałość zmęczeniowa „na sucho”

Testy te miały na celu zbadanie wpływu na przygotowane płytki cyklicznie zmiennych naprężeń rozciągających. Wartości  $R_m$  oraz  $\epsilon_{Fmax}$  stanowiły dane wyjściowe, na podstawie których wyznaczono amplitudę odkształceń zastosowanych w badaniach zmęczeniowych. Przyjęto, że ich wartości wyniosą kolejno: 50%, 40% i 30% odkształcenia przy maksymalnej sile. Wartości liczbowe wyrażone w milimetrach zamieszczono w TABELI 3.

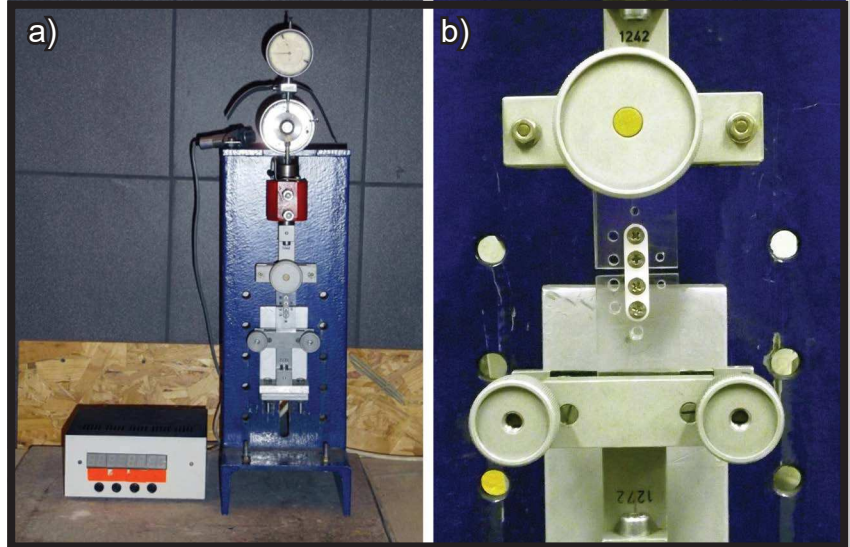
Modelowe zespolenie czyli płytki przykręcone do bloczków PMMA odpowiednim momentem dokręcającym mocowano w uchwytach stanowiska do badań cyklicznego rozciągania (RYS. 2). Zastosowano częstotliwość rozciągania wynoszącą 700 cykli na minutę. Badanie trwało przez dziesięć tysięcy cykli lub do momentu stwierdzenia pierwszych oznak zniszczenia w postaci najmniejszych obserwowalnych gołym okiem pęknięć lub do zerwania płytki.

### Wytrzymałość zmęczeniowa w symulowanych warunkach biologicznych

W celu zbadania jednoczesnego wpływu zmiennych obciążeń oraz środowiska biologicznego na czas życia implantu, przeprowadzono badania zmęczeniowe modelowego zespolenia w warunkach cyklicznego jednoosiowego rozciągania w obecności podgrzanego płynu Ringera (Baxter USA) symulującego warunki pracy implantu (skład chemiczny, pH, temperatura).

Do testów przygotowano specjalne stanowisko. Maszynę do badań zmęczeniowych doposażono w zamykaną szczelną komorę, pozwalającą na badanie modelowego zespolenia zanurzonego w sztucznym płynie fizjologicznym (RYS. 3). Układ zawierał również grzałkę z kontrolerem temperatury oraz dodatkowy zintegrowany zbiornik z pompą łopatkową. Badania prowadzono w temperaturze zbliżonej do temperatury ciała ludzkiego ( $\sim 37^\circ\text{C}$ ) a wymuszony obieg medium (ciągly przepływ) zapewniał równomierny jej rozkład w całej objętości płynu.

Testy przeprowadzono zgodnie z obowiązującą normą PN-EN ISO 527-1: 2012. Częstotliwość zmiennego obciążenia realizowana na stanowisku wynosiła 700 cykli na minutę. Dla każdego rodzaju próbek ustawiono liczbę cykli na poziomie 10000 oraz amplitudę wynoszącą kolejno: 50%, 40% i 30% odkształcenia przy maksymalnej sile. Testy przerywano w chwili stwierdzenia pierwszych oznak zniszczenia w postaci najmniejszych obserwowalnych gołym okiem pęknięć lub w momencie przerwania ciągłości płytki. Nie sporządzono wykresów Wöhlera oraz nie wykonano obliczeń statystycznych ze względu na testowy charakter badań.



**RYS. 2. a) Stanowisko do badań zmęczeniowych; b) Sposób mocowania modelowego zespolenia za pomocą kompozytowej płytki czterootworowej.**

**FIG. 2. a) Test stand for dynamic fatigue test; b) Fixation and orientation of the composite plate.**

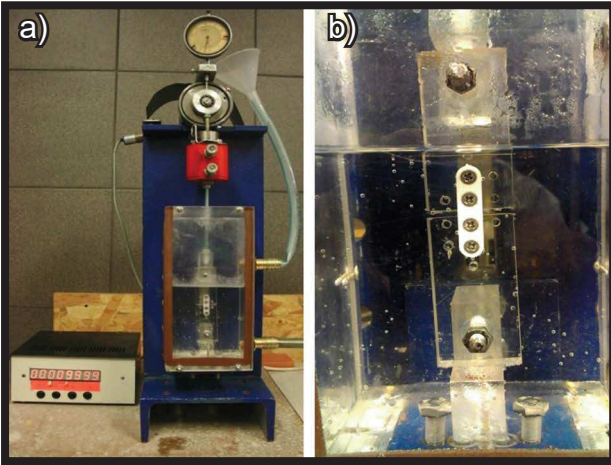
### Fatigue tensile strength tests in “dry” conditions

The tests were aimed at investigating the influence of cyclically variable tensile stresses on the plates. The values of  $R_m$  and  $\epsilon_{Fmax}$  were the output data serving as the basis for the strain amplitude used in fatigue tests. It was assumed that their values would be: 50%, 40% and 30% strain at maximum force. Numerical values expressed in millimeters are shown in TABLE 3.

The model of bone fixation, i.e. the plates bolted to the PMMA blocks with a suitable tightening torque, were mounted in the holders of the test stand for cyclic stretching (FIG. 2). A stretching frequency of 700 cycles per minute was applied. The test lasted for 10,000 cycles or until the first signs of damage were observed as the smallest crack visible to the naked eye or to breaking the plate.

### Fatigue tensile strength in a simulated biological environment

In order to investigate the simultaneous effect of variable loads and the biological environment on the implant's working time, fatigue tests were performed on a special test stand. The model was exposed to cyclic uniaxial stretching in the presence of heated Ringer's solution (Baxter USA) simulating the implant's working conditions (chemical composition, pH, temperature). The fatigue testing machine was equipped with a sealed chamber, allowing for the examination of the model immersed in an artificial physiological fluid (FIG. 3).

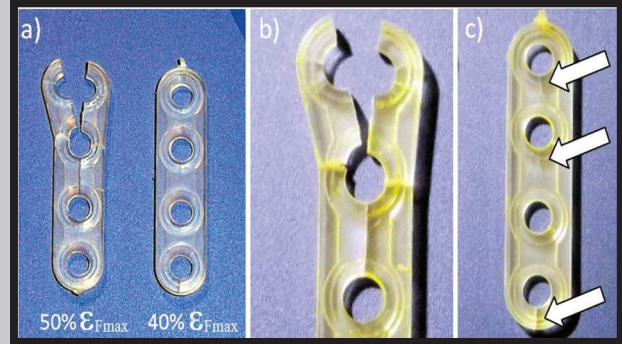


**RYS. 3. a) Stanowisko do badań zmęczeniowych w symulowanym środowisku biologicznym. Widoczny specjalnie skonstruowany zbiornik na sztuczne płyny fizjologiczne; b) Widok modelowego zespolenia za pomocą płytki PLA/HAp/TCP. FIG. 3. a) Test stand for dynamic fatigue test in biological simulated conditions with special tank/reservoir for heated Ringer solution; b) Model of simulated osteosynthesis used in tests.**

## Wyniki i dyskusja

### Wytrzymałość zmęczeniowa „na sucho”

Zaplanowano badanie próbek w trakcie 10000 cykli przy zastosowaniu trzech zakresów odkształcenia 50%, 40% i 30%  $\epsilon_{Fmax}$ . Stwierdzono, że przy zastosowaniu amplitudy 50%  $\epsilon_{Fmax}$  (ok. 0,7 mm) próbki z czystego polimeru PLA (zarówno typu N jak i R) ulegały zniszczeniu już po ok. 1500 cyklach, a ich destrukcja była całkowita (RYS. 4a). Wyraźnie widoczne były promieniste pęknięcia propagujące w kierunkach prostopadłych do siebie (RYS. 4b). Próbki pękały w sposób nagły, a charakter pękania był kruchy. Pojawiające się pęknięcia natychmiast propagowały i dochodziło do zerwania płytki. Z tego powodu niemożliwe było określenie momentu (ilości cykli), w którym pęknięcia się pojawiały. Po zmniejszeniu amplitudy do 40%  $\epsilon_{Fmax}$  (ok. 0,55 mm) stwierdzono poprawę w zachowaniu się próbek. Przetwała zaplanowany program 10000 cykli, jednakże po zdjęciu jej z uchwytów mocujących, w okolicy obu otworów (bliższego i dalszego), ujawniono zainicjowane pęknięcia, zaś na drugim końcu płytki, w okolicy dalszego otworu, stwierdzono pęknięcie całkowite (RYS. 4c). Po zmniejszeniu amplitudy rozciągania do 30%  $\epsilon_{Fmax}$  (ok. 0,4 mm) i przeprowadzeniu 10.000 cykli nie stwierdzono oznak zniszczenia próbek wykonanych z czystego PLA. W TABELI 4 oraz na RYS. 5 przedstawiono zebrane wyniki.



**RYS. 4. Przykłady zniszczonych płytek z PLA po testach cyklicznego jednoosiowego rozciągania przy 50% i 40%  $\epsilon_{Fmax}$ . FIG. 4. Examples of destroyed PLA plates after dynamic uniaxial fatigue tests with 50% and 40% of  $\epsilon_{Fmax}$ .**

The designed system also included a heater with a temperature controller and an additional integrated tank with a vane pump. The tests were carried out at a temperature close to the temperature of the human body ( $\sim 37^{\circ}\text{C}$ ) and the forced circulation of the medium (continuous flow) ensured its even distribution in the entire volume of liquid. The tests were carried out in accordance with the PN-EN ISO 527-1: 2012 standard. The frequency of variable load was 700 cycles per minute. The number of cycles was 10,000 and the amplitude of 50%, 40% and 30% strain at maximum force were set for each type of sample. The tests were terminated when the first signs of damage occurred, i.e. the smallest cracks were observable by the naked eye or when the continuity of the plate was interrupted. Wöhler charts were not prepared and no statistical calculations were made due to the test nature of the investigation.

## Results and Discussion

### Fatigue tensile strength in „dry” conditions

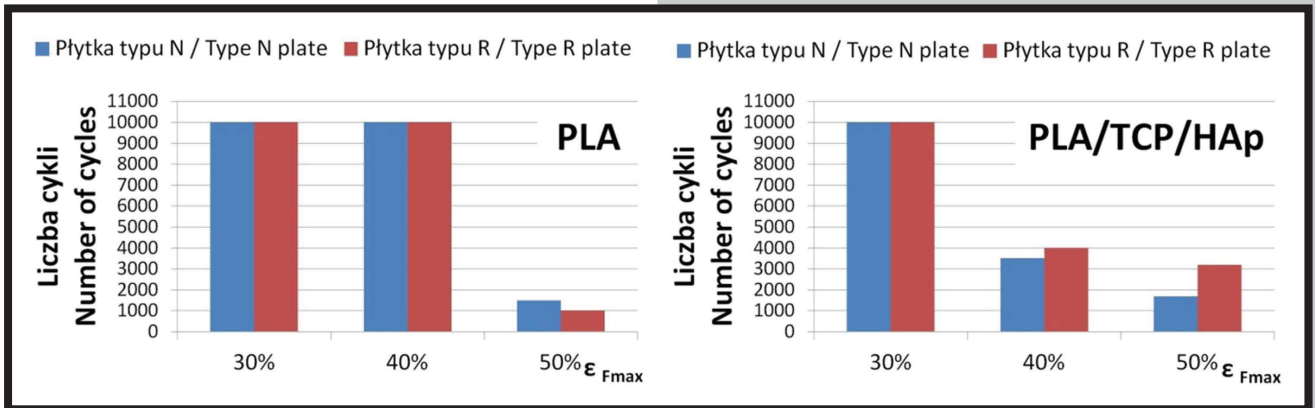
Sample testing was planned during 10,000 cycles using three strain ranges of 50%, 40% and 30%  $\epsilon_{Fmax}$ . It was found the amplitude of 50%  $\epsilon_{Fmax}$  (about 0.7 mm) caused the failure of the pure PLA sample (both N and R type) after about 1500 cycles and their destruction was complete (FIG. 4a). Prominent cracks propagating in directions perpendicular to each other were clearly visible (FIG. 4b). The sample cracked suddenly and the nature of the cracking was brittle. The cracks immediately propagated and the plate was ruptured, that is why it was not possible to determine the moment when the cracks appeared (an exact number of cycles). Having reduced the amplitude to 40%  $\epsilon_{Fmax}$  (about 0.55 mm), the sample survived the planned 10,000 cycles.

**TABELA 4. Wyniki próby cyklicznego rozciągania „na sucho”.**

**TABLE 4. Number of cycles for various values of cyclic deformation “dry” fatigue tensile tests.**

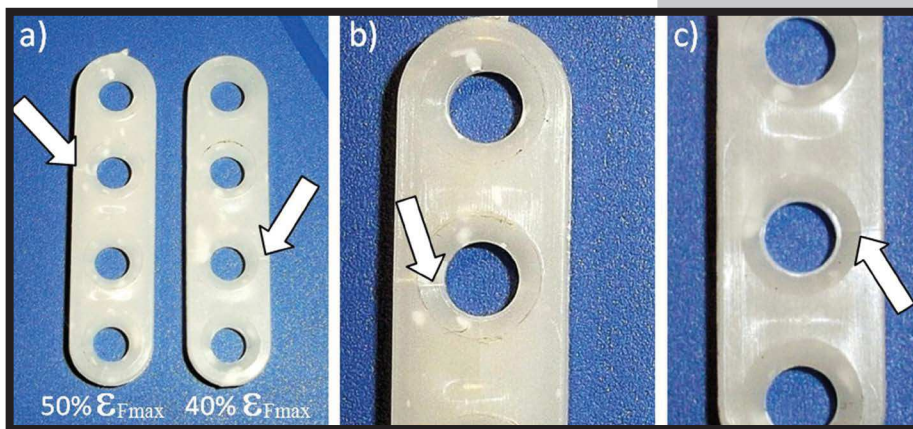
		Rodzaje płytek / Plate types					
		PLA			PLA/TCP/HAp		
Wielkość cyklicznego odkształcenia, amplituda $\epsilon_{Fmax}$ Cyclic deformation values (amplitude) used in fatigue tensile tests $\epsilon_{Fmax}$		50%	40%	30%	50%	40%	30%
Liczba cykli, przy których nastąpiło zniszczenie płytki Number of cycles for sample destruction	N	~1500	~10.000 Spękania Cracks	>10.000	~1700	~3500	>10.000
	R	~1000	~10.000 Spękania Cracks	>10.000	~3200	~4000	>10.000





RYS. 5. Zestawienie wytrzymałości zmęczeniowej płytek czterootworowych „na sucho” przy różnych wartościach amplitudy.

FIG. 5. Comparison of fatigue strength for after “dry” testing of four-holes plate with various cyclic deformation values (amplitude).



RYS. 6. Przykłady zniszczonych płytek z PLA/TCP/HAP po testach cyklicznego jednoosiowego rozciągania przy 50% i 40%  $\epsilon_{Fmax}$ .

FIG. 6. Examples of destroyed PLA/TCP/HAP plates after dynamic uniaxial fatigue tests with 50% and 40% of  $\epsilon_{Fmax}$ .

Analogiczny zestaw testów zastosowano podczas badania próbek z kompozytu PLA/TCP/HAP. Stwierdzono znacznie większą wytrzymałość płytek wykonanych z tego materiału w porównaniu z płytkami z czystego PLA. Przy zastosowaniu amplitudy o wartości 50%  $\epsilon_{Fmax}$  (ok. 0,75 mm) po 3500 cyklach stwierdzono pojawienie się jednego pęknięcia w okolicy otworu bliższego, jednak nie doszło do rozerwania płytki (RYS. 6a). Po obniżeniu wartości zadanej odkształcenia do 40%  $\epsilon_{Fmax}$  (ok. 0,65 mm) po ok. 4000 cyklach również stwierdzono pojawienie się pojedynczego pęknięcia, jednak i w tym przypadku spójność płytki nie została naruszona (RYS. 6b,c).

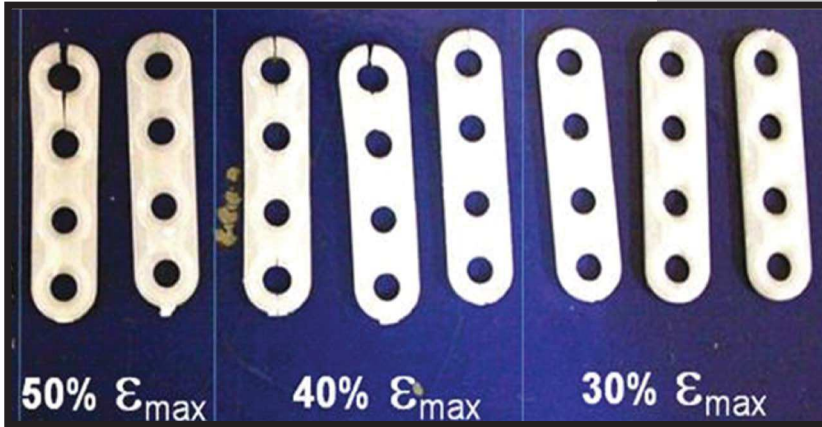
Po zmniejszeniu wartości odkształcenia do 30%  $\epsilon_{Fmax}$  i przeprowadzeniu 10000 cykli nie stwierdzono oznak zniszczenia próbek wykonanych z PLA/TCP/HAP (RYS. 7).

Z uzyskanych wyników można wnioskować, że wprowadzenie do osnowy z PLA modyfikatorów w postaci proszków TCP i HAP zmieniło charakterystyki mechaniczne implantów. Zwiększył się zakres odkształceń sprężystych. Z drugiej zaś strony, podczas analizy procesu pęknięcia płytek kompozytowych PLA/TCP/HAP stwierdzono niejednorodny rozmieszczenie cząstek w osnowie oraz obecność aglomeratów proszku (RYS. 8). Można zatem przypuszczać, że mogły one stanowić koncentraty naprężeń, a także zmniejszały efektywność – przenoszący naprężenia – przekrój próbki (RYS. 9) i to właśnie było prawdopodobną przyczyną inicjowania pęknięć.

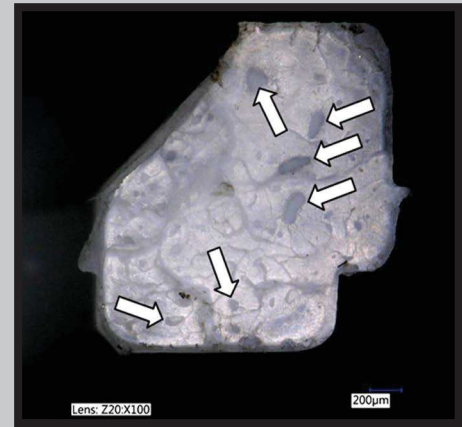
However, after removing it from the mounting brackets, the initiated cracks were revealed near both holes (proximal and distal) and the total fracture was found at the other end of the plate (FIG. 4c). With the stretching amplitude reduced to 30%  $\epsilon_{Fmax}$  (about 0.4 mm), the samples made of pure PLA showed no sign of destruction after 10,000 cycles. TABLE 4 and FIG. 5 show the collected results.

The same set of tests was used for the composite PLA/TCP/HAP samples. In comparison to the pure PLA plates, they revealed significantly higher strength values. With the amplitude of 50%  $\epsilon_{Fmax}$  (about 0.75 mm), one crack appeared in the vicinity of the proximal hole after 3,500 cycles but the plate did not break (FIG. 6a). Having reduced the amplitude to 40%  $\epsilon_{Fmax}$  (about 0.65 mm), a single crack was also found after about 4,000 cycles, yet the integrity of the plate was not affected (FIG. 6b, c). After further reduction of the deformation rate (to 30%  $\epsilon_{Fmax}$ ), no signs of destruction of the PLA/TCP/HAP samples were found after 10,000 cycles (FIG. 7).

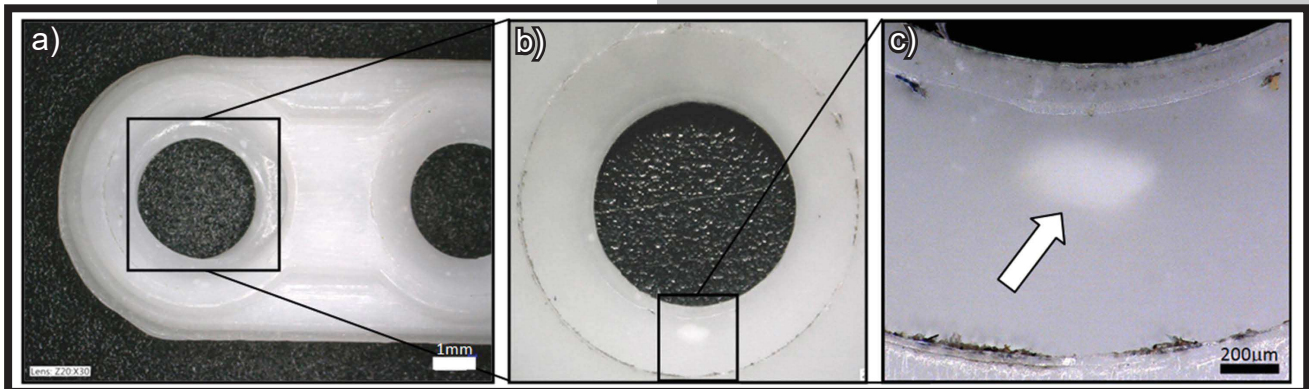
The obtained results lead to the conclusion that introducing modifiers, such as TCP and HAP powders, into the PLA matrix has changed the mechanical characteristics of the implants. The range of elastic deformations has increased. On the other hand, the analysis of the cracking process of the composite PLA/TCP/HAP plates revealed the inhomogeneous distribution of particles in the matrix and the presence of powder agglomerates (FIG. 8). Therefore, one can assume that the agglomerates might have acted as stress concentrators and they also reduced the sample cross-section responsible for transferring the loads (FIG. 9), which was the likely cause of crack initiation.



RYS. 7. Przykładowe próbki PLA/TCP/Hap po testach zmęczeniowych z różnymi wartościami odkształcenia. Brak oznak zniszczenia dla płytek badanych przy odkształceniu równym 30%  $\epsilon_{Fmax}$ .  
 FIG. 7. Examples of destroyed PLA/TCP/HAP plates after dynamic uniaxial fatigue tests with various deformation rate. No signs of destruction were found in plates tested with the 30%  $\epsilon_{Fmax}$  of the deformation rate.



RYS. 9. Widok przekroju próbki typu N po zniszczeniu. Strzałkami zaznaczono aglomeraty proszków bioceramicznych (x100).  
 FIG. 9. Cross-section of the N-type plate. Arrows show TCP/HAP powder agglomerates (x100).



RYS. 8. Widoczne gołym okiem aglomeraty proszku TCP/HAP w okolicy otworu mocującego płytki. Powiększenie: a) x30, b) x50, c) x200.  
 FIG. 8. TCP/HAP powder agglomerates visible in the surrounding material of the plate's fixing hole. Magnification: a) x30, b) x50, c) x200).

### Wytrzymałość zmęczeniowa w symulowanych warunkach biologicznych

Celem badań było sprawdzenie jaki jest wpływ symulowanego środowiska biologicznego na czas życia implantów podczas testów zmęczeniowych. Nie sporządzono wykresów Wöhlera oraz nie wykonano obliczeń statystycznych – badania testowe. Ze względu na wielofunkcyjny charakter implantów, do badań w symulowanych warunkach biologicznych wybrano płytki kompozytowe PLA/TCP/HAP. W pierwszej kolejności testom poddano płytki typu R, ponieważ z testów „na sucho” wynikało, że cechują się one większą wytrzymałością zmęczeniową niż płytki typu N. Początkowo zastosowana amplituda cyklicznych odkształceń wynosiła 50% odkształcenia maksymalnego, co stanowiło ok. 0,7 mm. Po umieszczeniu modelowego zespolenia w uchwytach maszyny zmęczeniowej i zalaniu płynem Ringera niemal natychmiast po uruchomieniu testu dochodziło do całkowitego zerwania próbek. Obniżenie wielkości amplitudy do 40% odkształcenia maksymalnego (ok. 0,47 mm) poprawiło sytuację, jednak wszystkie płytki uległy zniszczeniu przy niewielkiej liczbie cykli nieprzekraczającej pięciuset. Lepsze wyniki uzyskano po zmniejszeniu amplitudy do 30%  $\epsilon_{Fmax}$  (ok. 0,42 mm), niemniej żadna próbka nie przetrwała 10000 cykli. Przy takiej wartości przeprowadzono również testy płytek typu N. Wyniki testów zamieszczono w TABELI 5.

### Fatigue strength under simulated biological conditions

The fatigue tests were performed to assess the effects of the simulated biological environment on the working time of implants. Wöhler charts were not prepared and no statistical calculations were made. Due to the multifunctional character of implants, the PLA/TCP/HAP composite plates were selected for testing in simulated biological conditions. The R-type plates were tested first as the initial “dry” tests indicated their higher fatigue strength in comparison to the N-type plates. The applied amplitude of cyclic deformations was 50% of the maximum deformation, which was about 0.7 mm. After placing the model in the machine and flooding with Ringer fluid, the samples got destroyed immediately after the test started. Reducing the amplitude to 40% of the maximum deformation (about 0.47 mm) improved the situation, but all the plates were destroyed within a small number of cycles - not exceeding 500. Better results were obtained at the amplitude of 30%  $\epsilon_{Fmax}$  (about 0.42 mm), however, no sample survived 10,000 cycles. At the 30% value, the N-type plates were also tested. The results of the tests are presented in TABLE 5.



Porównując uzyskane wyniki (TABELA 5, RYS.10) z wynikami badań zmęczeniowych „na sucho” (TABELA 4, RYS. 4) można zauważyć, że symulacja warunków pracy ma znaczący wpływ na wytrzymałość zmęczeniową płytek kompozytowych.

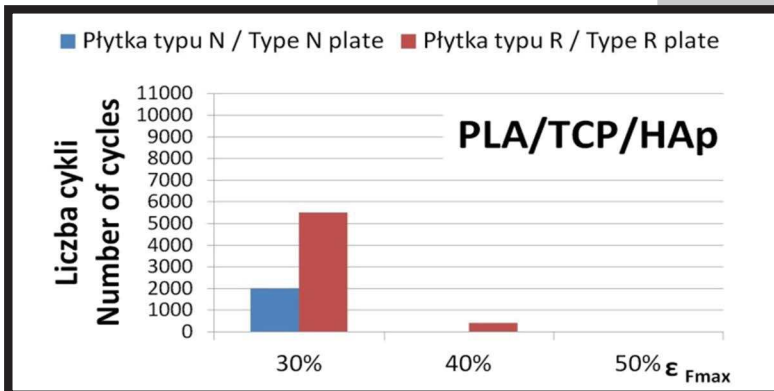
Analizując sposób niszczenia płytek kompozytowych stwierdzono, że pojawiające się pęknięcia przebiegały przede wszystkim w miejscach krytycznego przekroju (otworów), oraz występowały w różnych kierunkach, nawet wzdłuż podłużnej osi próbki. Pierwsze pęknięcia najczęściej pojawiały się po mniej niż 1000 cyklach i prawie zawsze lokalizowały się w okolicach dalszego otworu (mierząc od środka na długości płytki), propagując na otwory bliższe. W przypadku płytek typu N pęknięcie niszczące najczęściej przebiegało poprzecznie przez jeden z otworów bliższych środka płytki (RYS. 11). Z kolei pęknięcia płytek R przebiegały głównie wzdłuż osi długiej płytki (RYS. 12).

The comparison of the obtained results (TABLE 5, FIG. 10) to the “dry” fatigue tests (TABLE 4, FIG. 4) proves that the working conditions significantly affect the fatigue strength of composite plates.

The analysis of the destroyed composite plates revealed that the cracks occurred mainly at the critical cross-section (holes), in various directions, even along the longitudinal axis of the sample. The first cracks most often appeared after less than 1,000 cycles and almost always they were located near the further hole (measured from the middle of the length of the plate), propagating to proximal holes. In the case of N-type plates, the destructive fracture usually ran transversely through one of the holes closer to the centre of the plate (FIG. 11). In turn, cracks in the R plates ran mainly along the long axis of the plate (FIG. 12).

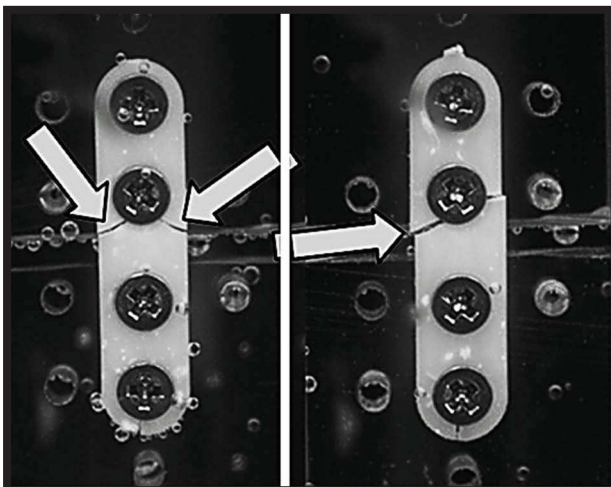
**TABELA 5. Wyniki próby cyklicznego rozciągania w symulowanym środowisku biologicznym.**  
**TABLE 5. Results of the cyclic tensile strength tests in the simulated biological environment.**

		Płytki / Plate PLA/TCP/HAp		
Wielkość odkształcenia - Amplituda $\epsilon_{Fmax}$ Cyclic deformation values (amplitude) used in fatigue tensile tests $\epsilon_{Fmax}$		50%	40%	30%
Liczba cykli do pierwszego pęknięcia First crack cycle number	N	---	---	~250
	R	---	~250	~850
Liczba cykli przy którym nastąpiło zniszczenie płytki Number of cycles for sample destruction	N	---	---	~2000
	R	---	~400	~5500

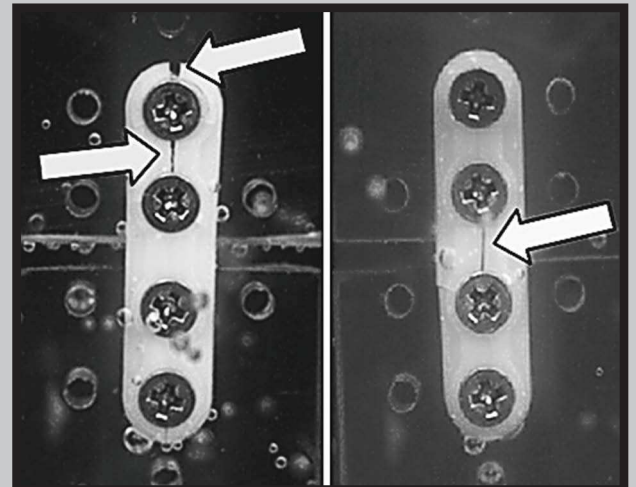


**RYS. 10. Zestawienie wytrzymałości zmęczeniowej płytek czterotworowych w testach symulujących środowisko biologiczne.**

**FIG. 10. Comparison of fatigue strength of four-holes plate after testing in biological simulated conditions.**

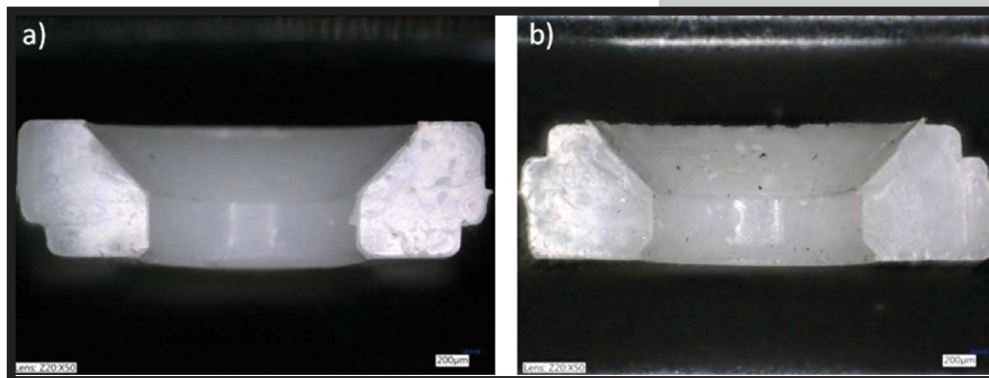


**RYS. 11. Przykładowe pęknięcia kompozytowych płytek I typu N (PLA/TCP/HAp).**  
**FIG. 11. Cracking nature of exemplary N-type plates (PLA/TCP/HAp).**



**RYS. 12. Przykładowe pęknięcia kompozytowych płytek I typu R (PLA/TCP/HAp).**  
**FIG. 12. Cracking nature of exemplary R-type plates (PLA/TCP/HAp).**





RYS. 13. Przekroje krytyczne:

a) płytka typu N;  
b) płytka typu R (x50).  
FIG. 13. Critical cross-section of plates:  
a) N-type;  
b) R-type (x50).

Taki przebieg linii pęknięć może być związany z geometrią płytek tj. lokalizacją żeberka wzmacniającego. Ono może powodować zmiany w rozkładzie naprężeń, ponieważ pole przekroju krytycznego w obu przypadkach jest inne (RYS. 13). Wskazanie przyczyny takiego zachowania się płytek wymaga przeprowadzenia dalszych badań ukierunkowanych na szczegółową analizę naprężeniowo-odkształceniową w obszarach otworów mocujących.

## Podsumowanie

Prezentowany artykuł przedstawia wyniki wstępnych badań przeprowadzonych na ograniczonej liczbie próbek. Z tego powodu nie zamieszczono analiz statystycznych i odchyłek standardowych wyznaczanych parametrów. Dlatego zawarte informacje powinny być traktowane jako opis pierwszych spostrzeżeń, które pojawiły się podczas testów mechanicznych symulujących warunki pracy implantów. Przeprowadzone badania zmęczeniowe, a zwłaszcza te które odwzorowywały warunki pracy implantów pokazały, że środowisko biologiczne ma znaczący wpływ na zachowanie się i charakterystyki implantów. Testowane płytki do zespołów kostnych wykonane z kompozytu PLA/TCP/HAp badane „na sucho” były w stanie pracować przez krótki czas nawet przy obciążeniach sięgających 50%  $\epsilon_{Fmax}$ . Po umieszczeniu ich w symulowanym środowisku biologicznym były w stanie pracować bezpiecznie, przetrwać bez zniszczenia 10000 cykli, ale przy amplitudzie zredukowanej do 30%  $\epsilon_{Fmax}$ . Analizując wpływ ogrzanego sztucznego płynu fizjologicznego na badane próbki stwierdzono, że nie dochodziło do termicznego uplastycznienia płytek, gdyż ich uszkodzenia miały zawsze charakter kruchego pęknięcia. Zatem temperatura 37°C, w której prowadzono testy symulacyjne (temperatura płynu) jest zbyt niska, aby zapoczątkować jakiegokolwiek zmiany strukturalne.

Podczas obserwacji i analizy przełomów zniszczonych płytek stwierdzono, że bardzo często miejscem inicjacji uszkodzeń były widoczne makroskopowo aglomeraty proszku TCP/HAp, które mogły być punktami koncentracji naprężeń. W związku z tym wnioskuje się, aby podczas procesu wytwarzania metodą wtrysku kłaść duży nacisk na odpowiednią homogenizację wsadu. Dzięki temu uzyskana wypraska powinna posiadać bardziej jednorodną strukturę, a równomierny rozkład cząstek będzie utrudniał rozchodzenie się pęknięć, zwiększając tym samym wytrzymałość implantu oraz odporność na zniszczenie zmęczeniowe.

Kolejnym spostrzeżeniem jest to, że geometria płytki, a dokładniej umiejscowienie żeberka wzmacniającego, ma duży wpływ na wytrzymałość zmęczeniową oraz przebieg linii pęknięcia. Płytkę typu R cechowała się trzykrotnie wyższą trwałością niż płytka typu N. Co ciekawe, podobnej zależności nie stwierdzono podczas prób statycznego jednoosiowego rozciągania (poprzedzającej badania zmęczeniowe), gdzie dla obu wariantów geometrycznych płytek (N i R) uzyskano zbliżone wartości parametrów mechanicznych.

Such a line of cracks can be associated with the geometry of the plates, i.e. the location of the reinforcing rib. The rib may alter the stress distribution, as the critical cross-sectional area is different in both cases (FIG. 13). To discover and to describe the behaviour of the plates under cyclic stretching, specially cracks propagation, additional analyses focused on stress and deformation characteristics in conical holes surroundings, need to be conducted.

## Conclusions

The article presents preliminary research thus the number of samples was limited. The results do not include statistical analysis and standard deviations thus they should be treated as the first remarks. The conducted fatigue tensile strength tests, especially those mimicking the working conditions of the implants, proved that the biological environment significantly affects the behaviour and characteristics of the implants. The PLA/TCP/HAp composite plates tested in “dry” conditions were able to work for a short time even at loads up to 50%  $\epsilon_{Fmax}$ . However, when placed in the simulated biological environment only the amplitude reduced to 30%  $\epsilon_{Fmax}$  guaranteed proper functioning and the samples survived 10,000 cycles without destruction. Analyzing the effect of heated artificial physiological fluid on the tested samples, it was found that no thermal plasticizing of the plates took place – the fracture was always a brittle one. The conclusion is that the temperature of 37°C is too low to initiate any structural changes.

During the observation and analysis of the fractures of damaged plates, it was found that very often the cracks occurred due to the macroscopically visible powder agglomerates of TCP/HAp which could be the points of strain concentration. Therefore, it is crucial to place a high emphasis on adequate homogenization of the material during the injection moulding process to ensure that the obtained plates are perfectly homogeneous structures. An even distribution of particles will hinder the propagation of cracks, thereby increasing the strength of the implant and resistance to fatigue failure.

Another observation is that the geometry of the plate, and more precisely the location of the reinforcing rib, has a large impact on fatigue strength and the direction of the crack. The R plate fatigue resistance was three times longer than the N-type plate. Interestingly, a similar relationship was not found during static uniaxial stretching tests (preceding fatigue tests), where both geometric variants of the plates (N and R) revealed similar mechanical parameters.

Przeprowadzone testy udowodniły, że symulowane warunki pracy w przypadku implantów kompozytowych mają znaczący wpływ na zmiany ich charakterystyk mechanicznych, a zwłaszcza odporności na działanie obciążeń cyklicznie zmiennych w czasie. Wynika z tego, że każdy prototypowy implant powinien być badany w taki sposób, aby schemat badań laboratoryjnych w jak największym stopniu odwzorowywał rzeczywiste warunki pracy. Dopiero po przeprowadzeniu takich testów, weryfikacji i analizie wyników można zdecydować czy implant spełnia warunki projektowe.

## Podziękowania

Badania wykonano przy współpracy z firmą MEDGAL Białystok, w ramach projektu badawczo-rozwojowego: „Opracowanie i wdrożenie technologii produkcji innowacyjnych implantów kostnych z kompozytów polimerowych” (POIG 01.04.00-20-003/10). Autorzy pragną również podziękować: Mai Kuś, Natalii Kosibie oraz Grzegorzowi Janiszewskiemu, za pomoc przy realizacji badań.

The results of the conducted tests prove that simulated working conditions have a significant impact on the mechanical characteristics of composite implants, in particular, the resistance to cyclically changing loads. Therefore, each prototype implant should be tested in the environment mimicking the real working conditions as much as possible. Only such thorough tests, followed by further verification and analysis of the results will prove that the implant is safe and meets the designed requirements.

## Acknowledgments

The research was carried out in cooperation with MEDGAL Białystok, as part of a research and development project: “Development and implementation of production technology for innovative bone implants made of polymer composites” (POIG 01.04.00-20-003 / 10). The authors would also like to thank: Maja Kuś, Natalia Kosiba and Grzegorz Janiszewski for their help in carrying out the research.

## References

- [1] Ho-Yong Lim, Chang-Hwa Jung, Seong-Yong Kim, Jin-Yong Cho, Jae-Young Ryu, Hyeon-Min Kim: Comparison of resorbable plates and titanium plates for fixation stability of combined mandibular symphysis and angle fractures. *J Korean Assoc Oral Maxillofac Surg* 40 (2014) 285-290.
- [2] G. Harsha, S. Ganesh Kumar Reddy, Sunil Talasila, S. Abdus Salaam, M. Srinivasulu, V. Sridhar Reddy: Mandibular Reconstruction using AO/ASIF Stainless Steel Reconstruction Plate: A Retrospective Study of 36 Cases. *The Journal of Contemporary Dental Practice* 13(1) (2012) 75-79.
- [3] Lop Keung Chow, Lim Kwong Cheung, Wei Ren: Resorbable Plate Fixation for Maxillofacial Fractures and Osteotomies. *Asian J. Oral Maxillofacial Surgery* 16(4) (2004) 224-233.
- [4] Takahiro Kanno, Shintaro Sukegawa, Yoshihiko Furuki, Yoshiki Narai, Joji Sekine: Overview of innovative advances in bioresorbable plate systems for oral and maxillofacial surgery. *Japanese Dental Science Review* 54 (2018) 127-138.
- [5] Błażewicz Stanisław, Marciniak Jan i wsp.: Inżynieria biomedyczna - Podstawy i zastosowania. Tom 4 – Biomateriały. Akademicka oficyna wydawnicza EXIT, ISBN 978-83-7837-054-3 (2016)
- [6] Conte R., Di Salle A., Riccitiello F., Petillo O., Peluso G., Calarco A.: Biodegradable polymers in dental tissue engineering and regeneration. *AIMS Materials Science* 5(6) (2018) 1073-1101.
- [7] Maurus P.B., Kaeding C.C.: Bioabsorbable Implant Material Review. *Oper Tech Sports Med* 12 (2004) 158-160.
- [8] Kontakis G.M., Pagkalos J.E., Tosounidis T.I., Melissas J., Katonis P.: Bioabsorbable materials in orthopaedics. *Acta Orthop. Belg.* 73(2) (2007) 159-169.
- [9] Alizdeh-Osogouei M., Yuncang Li, Cuie Wen: A comprehensive review of biodegradable synthetic polymer-ceramic composites and their manufacture for biomedical applications. *Bioactive Materials* 4(1) (2019) 22-36.
- [10] Moser R.C., McManus A.J., Riley S.L., Thomas K.A.: Strength Retention of 70:30 Poly(L-Lactide-co-D,L-Lactide). Following Real-Time Aging. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 75(1) (2005) 56-63.
- [11] Rishi K. Bali, Sharma Parveen, Jindal Shalu, Gaba Shivani: To evaluate the efficacy of biodegradable plating system for fixation of maxillofacial fractures: A prospective study. *National Journal of Maxillofacial Surgery* 4(2) (2013) 167-172.
- [12] Yuehuei H., Draughn R.A.: Mechanical Testing of Bone and the Bone-Implant Interface. CRC Press LLC 2000, ISBN 0-8493-0266-8
- [13] Shikinami Y., Okuno M.: Bioresorbable devices made of forged composites of hydroxyapatite (HA) particles and poly l-lactide (PLLA). Part II: practical properties of miniscrews and miniplates. *Biomaterials* 22 (2001) 3197-3211.
- [14] Karpiński R., Jaworski Ł., Czubacka P.: The structural and mechanical properties of the bone. *Journal of Technology and Exploitation in Mechanical Engineering* 3(1) (2017) 43-50.
- [15] Gryń K., Szaraniec B., Morawska-Chochót A., Chłopek J.: Charakterystyka mechaniczna wielofunkcyjnej resorbowalnej płytki kompozytowej do zespołów kostnych / Mechanical characterization of multifunctional resorbable composite plate for osteosynthesis. *Engineering of Biomaterials* 133 (2015) 22-33.
- [16] Norma PN-EN ISO 527-1:2012: Tworzywa sztuczne - Oznaczanie właściwości mechanicznych przy statycznym rozciąganiu - Część 1: Zasady ogólne.