

Patrycja Rosół¹, Jan Chłopek²

Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków

PRZEWIDYWANIE CZASU ŻYCIA IMPLANTÓW KOMPOZYTOWYCH NA PODSTAWIE CHARAKTERYSTYK PEŁZANIA

Celem pracy była analiza procesu pełzania w warunkach *in vitro* próbek wykonanych z polisulfonu i jego kompozytów z włóknami węglowymi przeznaczonych na implanty przenoszące obciążenia mechaniczne. Doświadczenia przeprowadzono w temperaturze pokojowej w powietrzu oraz w warunkach *in vitro* w płynie fizjologicznym. Badania wykonano na maszynie wytrzymałościowej Zwick 1435, poddając próbki działaniu wybranych sił z zakresu 300÷1800 N, obserwując odkształcenie wzdłużne badanej próbki i czasy zniszczenia. W rezultacie uzyskano dane umożliwiające ocenę zachowania próbek w warunkach działania naprężeń mechanicznych oraz wpływu środowiska biologicznego. Na podstawie zebranych danych doświadczalnych wyznaczono graniczne siły, poniżej których materiał może pracować przez założony okres bez zniszczenia, oraz obliczono czas życia dla zadanego obciążenia i dopuszczalnego odkształcenia badanych próbek.

Słowa kluczowe: implanty, pełzanie, kompozyty, czas życia

LIFE TIME OF COMPOSITE IMPLANTS ON THE BASIS OF CREEP TESTS

The aim of this study was an analysis of the creeping process in *in vitro* conditions. Samples made of polysulfone and its composites reinforced with carbon fibres to be applied as load bearing implants were examined. The investigations were carried out at room temperature in air and *in vitro* in Ringer's solution. Mechanical tests were carried out on Zwick 1435 machine, with the force between 300÷1800 N. We observed nominal strain and the time of failure of investigated sample. As a result we observed the data enabling to estimate long-term samples' behaviour under mechanical tension and biological environment's influence on it. On the basis of completed experimental data critical force was determined, under which the material can work for long time without failure and the life time for remote load and acceptable deformation of investigated samples was estimated.

Key words: implants, creep, composites, life time

WSTĘP

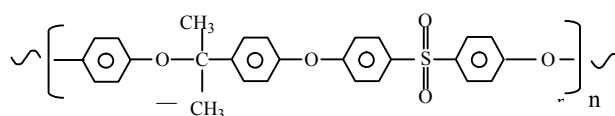
Implanty pracujące długotrwale w organizmie, wykorzystywane do zespawania różnego rodzaju tkanek, poddane są działaniu zarówno środowiska biologicznego, jak i podwyższonych naprężeń. Może to powodować korozję implantów (implanty metaliczne), biodegradację (implanty polimerowe i węglowe), a niekiedy korzystną reakcję komórkową zapewniającą odbudowę uszkodzonych tkanek (podłoża polimerowe, ceramiczne) [1-3]. W przypadku implantów konstrukcyjnych istotne jest skorelowanie właściwości mechanicznych i biologicznych oraz dopasowanie ich do otaczających tkanek. Największe możliwości w tym zakresie dają kompozyty polimerowe biostabilne i bioresorbowalne, modyfikowane cząstkami z ceramiki bioaktywnej albo włóknami, najczęściej polimerowymi lub węglowymi [4-7]. Materiały te jednak w środowisku płynów ustrojowych i w warunkach działania naprężeń mogą ulegać procesom starzenia, zmieniając zarówno swoje właściwości mechaniczne, jak i biologiczne. W przypadku polimerów resorbowalnych istotne jest określenie relacji pomiędzy czasem resorpcji polimeru a czasem potrzeb-

nym do rekonstrukcji bądź zespolenia leczonej tkanki. Dla polimerów biostabilnych problem sprowadza się do określenia poziomu naprężeń, zapewniających stabilne ich zachowanie w warunkach środowiska biologicznego. Jedną z metod określających czas życia implantu jest badanie procesu pełzania [8]. W przedstawionej pracy badanie takie przeprowadzono dla biostabilnego polisulfonu i jego kompozytów z włóknami węglowymi.

MATERIAŁY I METODY

Do badań użyto następujących materiałów:

1. Polisulfonu produkcji Aldrich Chemical Company, Inc. USA, $M = 26\ 000$, $d = 1,24\ \text{g/cm}^3$ o wzorze strukturalnym:



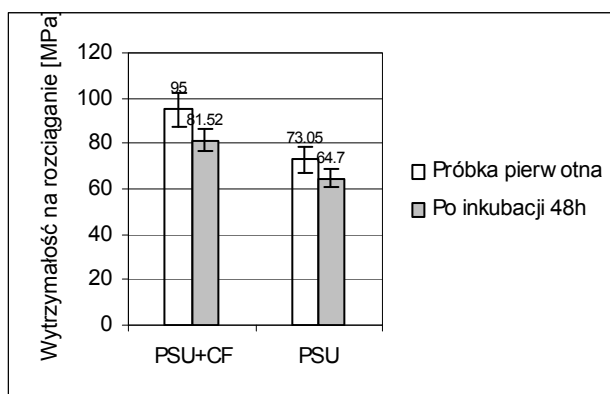
¹ mgr inż., ² dr hab. inż., prof. AGH

2. Włókien węglowych FT 300B, Torayca, $d = 1,78 \text{ g/cm}^3$, $\sigma_r = 3530 \text{ MPa}$, $E = 230 \text{ GPa}$.
3. Płynu Ringera produkcji Baxter Terpol Sp. z o.o. do symulacji środowiska biologicznego o składzie: chlorek sodu $8,60 \text{ g/dm}^3$, chlorek potasu $0,30 \text{ g/dm}^3$, chlorek wapnia $0,48 \text{ g/dm}^3$.

W badaniach wykorzystano próbki w kształcie wiosełek, wykonane z czystego polisulfonu (PSU) i kompozytu zawierającego 15% włókien węglowych krótkich (PSU+CF). Otrzymano je metodą wtrysku w temperaturze 330°C . Pomiary przeprowadzono za pomocą maszyny wytrzymałościowej Zwick 1435. Materiały poddano obciążeniu do zerwania i na podstawie wytrzymałości doraźnej dobrano wielkości obciążeń, przy których obserwowano pełzanie wg normy PN-83/C-89041 przez 48 godzin. Próbki PSU i PSU+CF obciążano kolejno mniejszymi siłami.

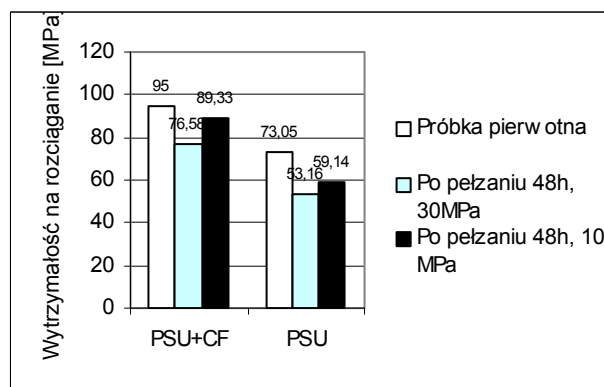
OMÓWIENIE WYNIKÓW

Na rysunku 1 przedstawiono wpływ warunków symulujących naturalne środowisko biologiczne (płyn Ringera, temp. 37°C) na wielkość wytrzymałości na rozciąganie dla badanych próbek. Obserwowane niewielkie zmiany wytrzymałości (w granicach błędów) świadczą o biostabilności samego polimeru, jak i jego kompozytu. W przypadku próbek poddanych stałym naprężeniom mechanicznym (rys. 2) obserwuje się wyraźny spadek wytrzymałości na rozciąganie badanych próbek, a wielkość tego spadku zależy od wartości przyłożonych naprężeń. Sumaryczny efekt wpływu środowiska biologicznego oraz naprężeń będących wynikiem przeprowadzonej wcześniej próby pełzania przedstawiono na rysunek 3. Zmiany wytrzymałości na rozciąganie mają podobny przebieg jak w przypadku działania naprężeń mechanicznych bez obecności płynów fizjologicznych, co potwierdza, że ich działanie ma większy wpływ na badaną wielkość.



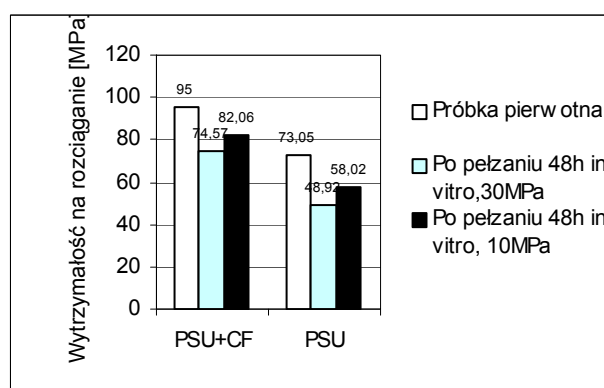
Rys. 1. Zmiana wytrzymałości na rozciąganie próbek PSU i PSU+CF w wyniku oddziaływania płynu Ringera

Fig. 1. Tensile strength of the PSU and PSU+CF specimens after incubation in Ringer's solution



Rys. 2. Zmiana wytrzymałości na rozciąganie próbek PSU i PSU+CF w wyniku oddziaływania naprężeń mechanicznych

Fig. 2. Tensile strength of the PSU and PSU+CF specimens after mechanical tests

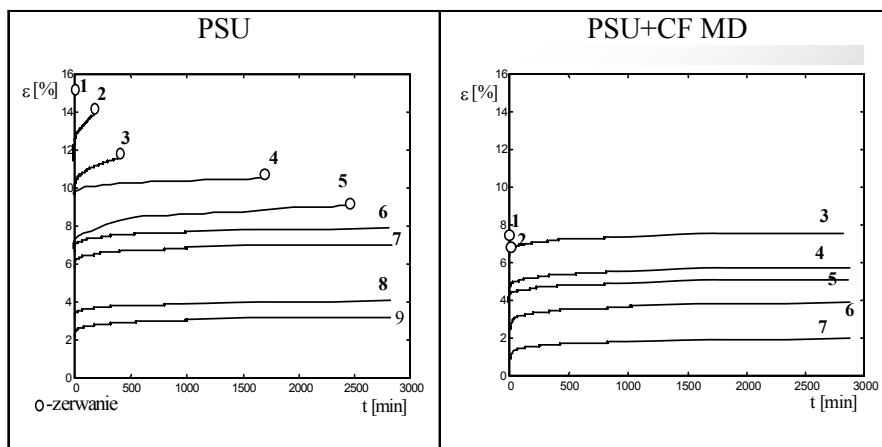


Rys. 3. Zmiana wytrzymałości na rozciąganie próbek PSU i PSU+CF w wyniku jednoczesnego oddziaływania płynu Ringera i naprężeń mechanicznych

Fig. 3. Tensile strength of the PSU and PSU+CF specimens after both: incubation in Ringer's solution and mechanical tests

W celu określenia czasu życia implantów przeprowadzono próby pełzania w czasie 48 godzin w temperaturze pokojowej, przy różnym poziomie stałych sił obciążających badany materiał. Badania te przeprowadzono również w warunkach *in vitro* w płynie Ringera o temperaturze 37°C . Przebieg otrzymanych krzywych (rys. 4) jest typowy dla materiałów ulegających pełzaniu. Składają się one z charakterystycznych przedziałów: pełzanie natychmiastowe, pełzanie ustalone oraz pełzanie progresywne powodujące zerwanie próbki. W etapie pełzania ustalonego zachowana jest stała prędkość odkształcania się próbek. W zależności od poziomów obciążeń prędkości te są różne (tab. 1).

Materiał kompozytowy powyżej wartości 60 MPa nie poddaje się pełzaniu i ulega gwałtownemu zerwaniu. Wraz ze zmniejszeniem wielkości obciążenia obserwuje się spadek prędkości pełzania. Oznacza to, że istnieje wartość siły, poniżej której materiał może pracować przez długi okres bez zniszczenia. Dla oszacowania tej siły wykorzystano zależność siły od prędkości w stanie ustalonym (rys. 5).



Rys. 4. Krzywe pełzania dla PSU i PSU+CF MD przy różnym poziomie naprężeń

Fig. 4. Creep curves for PSU and PSU+CF at different loads

TABELA 1. Wyniki badań pełzania dla PSU i kompozytu PSU+CF bez wpływu środowiska
 TABLE 1. Results of creep test for PSU and PSU+CF in absence of a biological environment

Nr krzywej na wykresie / Curve number	Przyłożone obciążenie / Load σ , MPa	Odształcenie początkowe / Nominal strain ϵ_0 , %	Prędkość pełzania w stanie ustalonym / Steady-rate creeping rate v , %/min	Obserwowany czas zerwania w próbie / Time to rupture 48 godz., min
PSU				
1	60,00	11,65	$4,5 \cdot 10^{-3}$	11,37
2	55,00	11,19	$3,0 \cdot 10^{-3}$	133,2
3	50,00	10,97	$2,0 \cdot 10^{-3}$	434,2
4	45,00	9,95	$5,0 \cdot 10^{-4}$	1681,2
5	40,00	7,10	$2,5 \cdot 10^{-4}$	2451,6
6	30,00	6,66	$2,2 \cdot 10^{-4}$	brak zerwania / no rupture
7	25,00	5,94	$1,5 \cdot 10^{-4}$	brak zerwania / no rupture
8	15,00	3,68	$1,9 \cdot 10^{-6}$	brak zerwania / no rupture
9	10,00	2,46	$4,0 \cdot 10^{-8}$	brak zerwania / no rupture
PSU+CF				
1	70,00	6,95	-	gwałtowne zerwanie immediate rupture
2	60,00	6,59	-	gwałtowne zerwanie immediate rupture
3	50,00	6,67	$7,3 \cdot 10^{-4}$	brak zerwania / no rupture
4	40,00	4,58	$4,5 \cdot 10^{-6}$	brak zerwania / no rupture
5	30,00	4,14	$8,1 \cdot 10^{-7}$	brak zerwania / no rupture
6	20,00	2,75	$6,5 \cdot 10^{-7}$	brak zerwania / no rupture
7	10,00	1,88	$6,0 \cdot 10^{-8}$	brak zerwania / no rupture

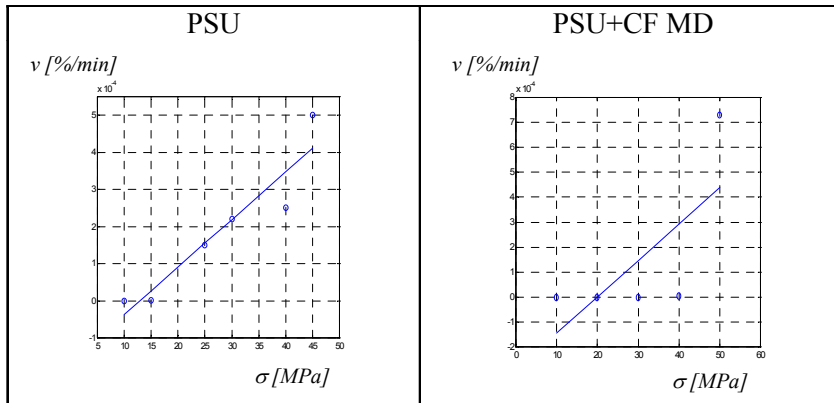
Materiał nie ulegnie zniszczeniu dla wartości prędkości zmierzającej do zera. Punkty doświadczalne - prędkości dla poszczególnych sił - aproksymowano zależnością liniową $y = ax + b$. Otrzymano:

- dla PSU: $v = 0,0128 \cdot 10^{-3} \sigma - 0,1658 \cdot 10^{-3}$;
- dla PSU+CF: $v = 0,0146 \cdot 10^{-3} \sigma - 0,2918 \cdot 10^{-3}$;

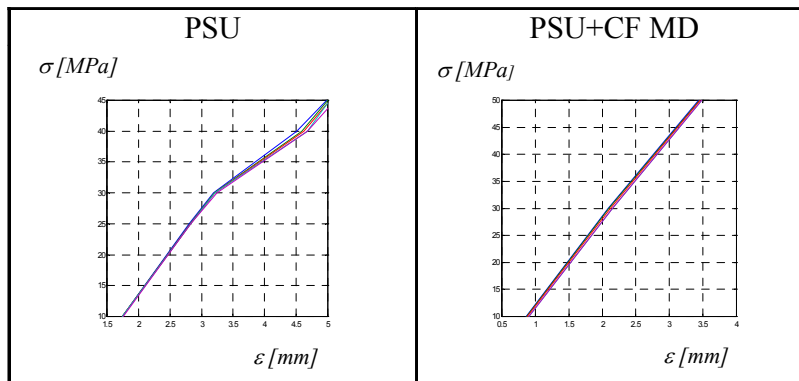
przy czym σ - wytrzymałość, MPa, v - prędkość odkształcania, %/min.

Bezpieczne poziomy wytrzymałości dla długotrwałego obciążenia, powodującego pozornie niezmiennie odkształcenie, wynoszą odpowiednio: $\sigma = 12,9$ MPa dla czystego PSU; $\sigma = 20,0$ MPa dla kompozytu PSU+CF. W badaniach wymagających bardzo długich czasów obserwacji, jak pełzanie, najczęściej aproksymuje się

krzywe otrzymane w krótszych próbach. Skonstruowa-



Rys. 5. Zależność prędkości pełzania w fazie ustalonej od przyłożonego obciążenia
 Fig. 5. Dependence of steady - state creep rate on applied load



Rys. 6. Linie izochroniczne otrzymane z krzywych pełzania dla PSU i kompozytu PSU+CF
 Fig. 6. Isochronic lines obtained from creeping curves for PSU and PSU+CF composites

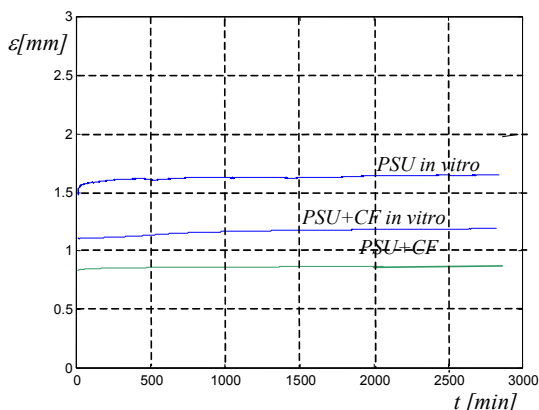
nie linii izochronicznych pozwala na stwierdzenie, w jakim zakresie odkształceń materiał polimerowy jest liniowo sprężysty. Można wtedy przyjąć aproksymację w szerokim zakresie czasu za dopuszczalną. Krzywe izochroniczne dla czystego PSU i kompozytu PSU+CF otrzymano przez przekrój krzywych pełzania dla wybranych czasów: 500, 700, 900, 1500, 1600 minut (rys. 6).

Fig. 7. The creep test for 300 N load

Dla obliczenia czasu życia przeprowadzono pełzanie dla obu badanych materiałów przy jednakowym obciążeniu w warunkach *in vitro* (rys. 7).

TABELA 2. Czas życia dla próbek poddanych pełzaniu w warunkach *in vitro*
 TABLE 2. Life time of samples on the basis of creep test in *in vitro* conditions

Próbka Sample	$\alpha(F)$, mm	m, b	ϵ_{calc} , mm w próbie 48 in test 48 h	Czas [lata] przy /Time [years] for $\epsilon = 2$ mm
PSU <i>in vitro</i>	1,5625	0,0115; 6,1261	1,6814	408
PSU+CF	0,8319	0,0297; 58,6325	0,9328	1 200 000
PSU+CF <i>in vitro</i>	1,1434	0,0224; 63,2080	1,2043	139 000



Rys. 7. Próba pełzania dla naprężenia 300 N (10 MPa)

Znając przebieg krzywych pełzania w czasie trwania doświadczenia, możliwe jest oszacowanie czasu, po którym implant osiągnie założone odkształcenie. Analizę przeprowadzono przez aproksymację otrzymanych krzywych równaniem

$$\varepsilon_t = \varepsilon_0(t/b)^m$$

gdzie: ε_t - odkształcenie po czasie t , %; ε_0 - odkształcenie natychmiastowe, krótkotrwałe, %; t - czas, s; b , m - stałe, charakteryzujące tworzywo.

Przyjęto wielkość odkształcenia 2 mm, co odpowiada dopuszczalnemu przemieszczeniu odłamów kostnych przy zespoleniu [9]. Jak wynika z rysunku 6, odkształcenie to zawarte jest w zakresie prostoliniowym krzywych izochronicznych. Wyniki zestawiono w tabeli 2.

WNIOSKI

Wyznaczenie rodziny krzywych pełzania umożliwia oszacowanie wielkości wytrzymałości, poniżej których materiał może pracować przez dłuższy czas bez zniszczenia. Wartość wytrzymałości materiału kompozytowego jest dwukrotnie większa niż dla czystego polimeru.

Znając przebieg krzywych pełzania w warunkach *in vitro*, można wyliczyć czas, po jakim próbka osiągnie zadane odkształcenie i odnieść do warunków leczenia.

Porównując otrzymane właściwości mechaniczne badanych materiałów, można ocenić ich przydatność do zastosowań w chirurgii kostnej. W przypadku zespołów płytkowych i stabilizatorów, gdzie implant przenosi wysokie naprężenia, najlepsze są materiały kompozytowe, wykazujące małą skłonność do pełzania.

Praca została zrealizowana w ramach projektu badawczego PBZ-KBN-082/T08/2002, finansowanego przez Komitet Badań Naukowych

LITERATURA

- [1] Reclaru L., Lerf R., Eschler P.Y., Meyer J.M., Corrosion behavior of a welded stainless-steel orthopedic implant, *Biomaterials* 2001, 22, 269-279.
- [2] Hench L.L., *Biomaterials: a forecast for the future*, *Biomaterials* 1998, 19, 1419-1423.
- [3] Ramakrishna S., Mayer J., Wintermantel E., Kam W. Leong, *Biomedical applications of polymer - composite materials: a review*, *Comp. Sci. and Techn.* 2001, 61, 1189-1224.
- [4] Evans S.L., Gregson P.J., *Composite technology in load-bearing orthopaedic implants*, *Biomaterials* 1998, 19, 1329-1342.
- [5] Majola A., Vainionpaa S., Rokkanen P., Mikkola H.M., Tormala P., *Absorbable self-reinforced polylactide (SR-PLA) composite rods for fracture fixation: strength retention in the bone and subcutaneous tissue in rabbits*, *J. Mat. Sci. Met. Med.* 1992, 3, 43-47.
- [6] Chłopek J., *New materials for orthopaedic screws*, *Acta Montana* 2000, 10(115), 1-11.
- [7] Chłopek J., Błazewicz S., Pamuła E., Błazewicz M., Wajler C., Staszko E., *Carbon and polymer composites in bone surgery*, *Materials for Medical Engineering EUROMAT* 1999, 2, 103-109.
- [8] Broniewski T., Kapko J., Płaczek W., Thomalla J., *Metody badań i ocena właściwości tworzyw sztucznych*, WNT, Warszawa 2000.
- [9] *Problemy biocybernetyki i inżynierii biomedycznej*, Tom 5 - *Biomechanika*, red. A. Morecki, W. Ramotowski, Wyd. Komunikacji i Łączności, Warszawa 1990.

Recenzent
Jan Ryszard Dąbrowski