



# **BIOHAJOAVIEN IMPLANTTIEN MEKAANISEN TESTAUKSEN STANDARDOINTI**

Tiia Junno

Opinnäytetyö  
Toukokuu 2013  
Paperi-, tekstiili- ja kemian-  
tekniikan koulutusohjelma  
Kemiantekniikan suuntautu-  
misvaihtoehto

TAMPEREEN AMMATTIKORKEAKOULU  
Tampere University of Applied Sciences

## TIIVISTELMÄ

Tampereen ammattikorkeakoulu  
Paperi-, tekstiili- ja kemiantekniikan koulutusohjelma  
Kemiantekniikan suuntautumisvaihtoehto

JUNNO, TIIA:

Biohajoavien implanttien mekaanisen testauksen standardointi

Opinnäytetyö 93 sivua, joista liitteitä 66 sivua  
Toukokuu 2013

---

Tämä opinnäytetyö tehtiin biohajoavia implantteja valmistavalle Inion Oy:lle. Opinnäytetyön tarkoituksena oli valmistaa standardoidut menetelmäohjeet biohajoavien implanttien mekaaniseen testaukseen. Työn lähtökohtana oli Inion Oy:n tarve saada kirjalliset 3-pistetaivutus-, 4-pistetaivutus- ja leikkausstandardit biohajoaville materiaaleille ja tuotteille. Työssä haluttiin todentaa oikeiksi aineenkoetuskoneen ohjelman käyttämät laskukaavat eri parametreille etsimällä parametreille laskukaavat ja laskemalla niiden arvot manuaalisesti biohajoavan aihion eri muodoille. Työssä haluttiin lisäksi määrittää oikea piste materiaalin myötökohdaksi taivutuskokeissa biohajoaville tuotteille ja materiaaleille. Työn tavoitteena oli myös luoda näille mekaanisille kokeille sisäiset menetelmäpohjat aineenkoetuskoneen ohjelmaan.

Aineenkoetuskoneen ohjelman käyttämät laskukaavat eri parametreille todennettiin oikeiksi vertaamalla manuaalisesti laskettuja tuloksia ohjelman antamiin tuloksiin. Biohajoavan materiaalin myötökohdan laskentakaava taivutuskokeissa saatiin myös määritettyä tuotteille ja materiaaleille. Luodut sisäiset menetelmäohjeet 3-pistetaivutuskokeelle, 4-pistetaivutuskokeelle ja leikkauskokeelle hyväksyttiin ja niitä tullaan käyttämään Inion Oy:ssä. Mekaanisten kokeiden sisäiset menetelmäpohjat saatiin myös luotua aineenkoetuskoneen ohjelmaan.

Työssä luotujen mekaanisten testien sisäiset menetelmäpohjat mahdollistavat aineenkoetuskoneen ohjelmaan vähemminkin perehtyneen henkilön sujuvan materiaalien ja tuotteiden mekaanisen testauksen. Opinnäytetyön tuloksena syntynyt kirjallisuusmalli menetelmäohjeille voi toimia jatkossa kirjoitettavien menetelmäohjeiden kansainvälisenä mallina.

---

Asiasanat: mekaaninen testaus, implantti, biohajoava.

## ABSTRACT

Tampereen ammattikorkeakoulu  
Tampere University of Applied Sciences  
Degree Programme in Paper-, Textile- and Chemical Engineering  
Option of Chemical Engineering

JUNNO, TIIA:

The Standardization of Mechanical Testing of Biodegradable Implants

Bachelor's thesis 93 pages, appendices 66 pages  
May 2013

---

This thesis was made in cooperation with Inion Co. The purpose of the thesis was to produce standardized procedure instructions for mechanical testing of biodegradable implants. The starting point of the thesis was the need of Inion Co to have written mechanical testing procedure instructions of three-point and four-point bending test and shear test for biodegradable materials and products. In the thesis, the aim was to manually authenticate the equations of the parameters that the material testing machine uses for different shapes of the biodegradable rods. Another aim was to determine the actual yield point in bending tests of biodegradable products and materials. The objective of this study was also to create internal procedure bases of mechanical testing to the software of the material testing machine.

The equations for different parameters used by the software of material testing machine were authenticated by comparing the manually calculated results to the results given by the software of material testing machine. The equation of actual yield point in bending tests for different biodegradable materials and products was also determined. The created internal procedure instructions for both three-point and four-point bending test and shear test were approved and they will be used in Inion Co. The internal procedure bases of mechanical testing were also created to the software of material testing machine.

The created internal procedure bases of mechanical testing enable people to do mechanical testing easily and smoothly. In the thesis produced literature model of procedure instructions can act as a model for further written international procedure instructions.

---

Key words: mechanical testing, implant, biodegradable.

## SISÄLLYS

1	JOHDANTO.....	7
2	BIOHAJOAVAT IMPLANTIT .....	8
2.1	Biohajoavat polymeerit.....	8
2.2	Implanttimateriaalit.....	8
2.2.1	Polylaktidit (PLA).....	9
2.2.2	Polyglykolidit (PGA) .....	10
2.2.3	Polytrimetykleenikarbonaatti (PTMC).....	10
2.3	Implantin hajoaminen elimistössä .....	11
2.4	Biohajoavat implantit.....	11
2.5	Biohajoavien implanttien valmistusmenetelmät ja sterilointi.....	13
2.5.1	Prosessointi .....	13
2.5.2	Sterilointi.....	14
2.6	Itselujitettu ja itselujittamaton implanttimateriaali .....	15
2.7	Biohajoavalle implanttimateriaalille asetettavat vaatimukset.....	16
2.8	Biohajoavalta implantilta vaadittavat mekaaniset ominaisuudet.....	17
3	MEKAANINEN TESTAUS .....	18
3.1	Mekaanisen testauksen määrittely .....	18
3.2	Biohajoavien implanttien mekaaniseen kestävyyteen vaikuttavat tekijät.....	18
3.3	Mekaaniset testausmenetelmät .....	19
3.3.1	3- ja 4-pistetaivutuskoet (3-point and 4-point bending test) .....	20
3.3.2	Leikkauskoet (shear test).....	21
4	POHDINTA.....	23
	LÄHTEET .....	25
	LIITTEET .....	28
	Liite 1. 3-point bending test .....	28
	Liite 2. 4-point bending test .....	51
	Liite 3. Shear test.....	76



## LYHENTEET JA TERMIT

$\epsilon$ Rm	venymä voimalle (mm)
E	kimmokerroin (GPa)
F	momentti (N)
$F_{\max}$	max voima (N)
k	jäykkyys (GPa)
L	tukiväli (mm)
$L_A$	tukivälin määritelty osa (mm)
$\sigma$	max leikkauslujuus ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )
Rm	lujuus voimalle (MPa)
$R_p \times$	materiaalin tai tuotteen myötövoima /-kohta, jolla koekappale alkaa myötää aineenkoetuskokeessa (N)
Absorboitua	hajota ja imeytyä soluravinteiksi
Biohajoava	elävässä kudoksessa hajoava
D-laktidi	D-maitohapon syklinen dimeeri
D, L-laktidi	D-maitohapon ja L-maitohapon dimeeri
Depolymeroituminen	polymeeriketjun purkautuminen yksittäisiksi monomeereiksi
Fibrillointi/orientointi	polymeeriainion vetäminen vetokoneen suulakkeen läpi, jolloin polymeerin molekyylit järjestäytyvät yhdensuuntaisiksi lujittaen materiaalin
In vitro	laboratorio-olosuhteissa (fysiologisessa puskuriliuoksessa)
In vivo	elimistössä
Implantti	kirurginen siirännäinen
Karsinogeeninen	syöpää aiheuttava
Kopolymeeri	kahden tai useamman erilaisen monomeerin polymerisatiossa muodostunut polymeeri
L-laktidi	L-maitohapon syklinen dimeeri
Metaboloitua	hajota aineenvaihduntareaktiossa
Membraani	ohut biohajoava kalvo
Mutageeninen	mutaatiota aiheuttava
Oligomeeri	lyhytketjuinen polymeeri
Osteosynteesi	luun tai luunmurtuman kiinnittäminen
PGA	polyglykolidi

PLA	poly-D,L-laktidi (raseeminen)
PLLA	poly-L-laktidi
Raseeminen	ulospäin optisesti inaktiivinen
Resorboitua	hajota ja imeytyä soluravinteiksi
Standardi	suositus tehdä jokin asia tietyllä, määritetyllä tavalla
Stereoisomeria	peilikuvaisomeria
Steriili	ei sisällä eläviä itiöitä eikä mikrobeja
Toksinen	haitallinen, myrkyllinen
Traumatologia	ulkoisen voiman aiheuttaman äkillisen vamman hoito

## 1 JOHDANTO

Kirurgisia siirännäisiä eli implantteja valmistetaan lääketieteen sovelluksiin muovista, metallista, keraamisista materiaaleista sekä biohajoavista polymeereistä. Muovisia ja metallisia implantteja on ollut markkinoilla useiden vuosikymmenten ajan, kun taas biohajoavasta muovista valmistetut implantit ovat osa uuden ajan polymeeriteknologiaa. Käytettäville implanttimateriaaleille ja -tuotteille tehdään viranomaisten vaatimia mekaanisia aineenkoetuskokeita, joilla määritetään niiden ominaisuuksia ja mekaanista kestävyyttä. Metallisille ja eräille muovisille implanteille on olemassa kansainväliset standardoidut mekaanisen aineenkoetuksen menetelmäohjeet, mutta johtuen biohajoavien implanttien uutuudesta lääketieteessä, ei biohajoaville implanteille ole vielä olemassa kansainvälisiä mekaanisen aineenkoetuksen menetelmäohjeita. Implanteille tehtävät mekaaniset aineenkoetuskokeet ovat samat kaikille materiaaleille, mutta kokeiden parametrien arvoja sovelletaan testattavan implantin ja sen materiaalin mukaan.

Opinnäytetyön tarkoituksena oli valmistaa standardoidut sisäiset menetelmäohjeet biohajoavien implanttien mekaaniseen testaukseen 3- ja 4-pistetaivutuskokeelle ja leikkauskokeelle. Luotujen menetelmäohjeiden tuli mukaila sisällöltään metallisien ja muovisien implanttien kansainvälisiä ASTM- ja ISO -standardeja, joita yrityksessä oli aiemmin sovellettu biohajoavien implanttien mekaaniseen testaukseen. Työssä tehtiin mekaaniset testit biohajoavalle pyöreälle aihiolle ja lattalevyille, jotta voitiin todentaa oikeiksi aineenkoetuskoneen ohjelman haluttujen parametrien arvot laskemalla parametrien arvot manuaalisesti. Työssä haluttiin myös määrittää oikea piste biohajoavan implantin myötökohdalle luomalla laskukaavat pisteen määrittämiseksi erilaisille kokeille ja materiaaleille. Työssä haluttiin lisäksi luoda sisäiset mekaanisen testauksen menetelmäohjat 3- ja 4-pistetaivutuskokeille sekä leikkauskokeelle aineenkoetuskoneen ohjelmaan. Käytännössä tämä tarkoittaa tyhjiä testipohjia, joissa on kaikki yleisimmät parametrit valmiina materiaalien tai tuotteiden aineenkoetuskokeita varten.

Opinnäytetyö tehtiin biohajoavia implantteja ja kirurgisia sovelluksia valmistavalle Inion Oy:lle, jonka laboratoriossa suoritettiin menetelmäohjeiden kirjoittamista varten tehtyt mekaaniset aineenkoetuskokeet biohajoavalle aihioille. Luodut menetelmäohjeet tehtiin yleisimmin käytössä oleville implanttien mekaanisille aineenkoetuskokeille.

## 2 BIOHAJOAVAT IMPLANTIT

### 2.1 Biohajoavat polymeerit

Biohajoavilla polymeereillä tarkoitetaan polymeerejä, jotka hajoavat elimistössä ja poistuvat elimistöstä aineenvaihdunnan mukana. Synteettiset biohajoavat polymeerit hajoavat elimistössä mikrobien, veden, lämmön ja kosteuden vaikutuksesta pieniksi partikkeleiksi ja edelleen monomeereiksi, jotka poistuvat elimistöstä aineenvaihdunnan mukana erittymällä tai metaboloitumalla. (Middleton & Tipton 2000, 2342.) Hajoamisen seurauksena polymeerit menettävät molekyylipainoaan, mikä saa aikaan materiaalin mekaanisten ominaisuuksien heikkenemisen (Waris ym. 2004, 674). Nämä biohajoavat polymeerit ovat lääketieteen sovelluksissa käytettäviä synteettisiä polymeerejä, joista valmistettävien tuotteiden poistoon elimistöstä ei tarvita kirurgisia toimenpiteitä (Michaeli & von Oepen 1992, 21).

Lääketieteen sovelluksissa yleisimmin käytetyt polymeerit ovat polyestereitä, jotka koostuvat glykolidin ja laktidin homopolymeereistä tai kopolymeereistä (Middleton & Tipton 2000, 2336). Ominaisuuksiltaan erilaisia biohajoavia kopolymeerejä on mahdollista sekoittaa toisiinsa, jolloin materiaalille saadaan mahdollisimman hyvät ominaisuudet käyttökohteeseensa. Sekoittamalla jäykkiä ja elastisia kopolymeerejä toisiinsa voidaan parantaa materiaalin mekaanisia ominaisuuksia, jolloin muutoin lujasta, mutta hauraasta materiaalista saadaan lujia ja sitkeitä materiaaleja, joista voidaan valmistaa mm. muotoiltavia levyjä. Seostamalla kopolymeerejä voidaan myös optimoida materiaalin hajoamisnopeutta käyttökohteen mukaan. (Pohjonen 2013b.)

### 2.2 Implanttimateriaalit

Biohajoavissa implanteissa eli kirurgisissa siirrännäisissä yleisimmin käytetyt biohajoavat synteettiset polymeerit ovat maitohapon alifaattiset polyesterit polylaktidi (PLA) ja polyglykolidi (PGA), joista käytetään molempia maitohapon peili-isomeerejä (L ja D) sekä polytrimetyleenikarbonaatti (PTMC). Muita käytettäviä polymeerejä ovat mm. poly- $\epsilon$ -kaprolaktoni (PCL) sekä PLA:n ja PGA:n kopolymeeri PLGA. (Pohjonen

2013a.) Lapsilla käytetään nopeammin liukenevia implantteja, jotka valmistetaan polyglykolidin ja polylaktidin kopolymeeristä (Waris ym. 2004, 673–674).

Implanttimateriaalit ovat rakenteeltaan kiteisiä tai amorfisia. Implantin materiaali valitaan käyttökohteessa tarvittavien mekaanisten ominaisuuksien sekä toivotun hajoamisajan mukaan. Puolikiteisillä polymeereillä on parempi vetolujuus ja ne ovat jäykempiä kuin amorfiset polymeerit johtuen puolikiteisen polymeerin säännöllisistä jatkuvista yksiköistä, jotka antavat ketjujen laskostua tiiviiksi alueiksi eli kidealkioiksi. Mikään polymeeri ei voi olla kokonaan kiteinen, joten jokaisessa materiaalissa on amorfisia alueita. Puolikiteisestä polymeeristä pystytään muotoilemaan aihioita tai valamaan kapaleita, kun polymeerin lämpötila nousee yli sen sulamispisteen. Rakenteeltaan amorfisilla polymeereillä ja puolikiteisten polymeerien amorfisilla alueilla on lämpötila, jota kutsutaan lasisiirtymäksi, jossa polymeerin fysikaalinen rakenne muuttuu. Polymeerin ylittäessä lasisiirtymälämpötilan se on olomuodoltaan kumimainen ja alittaessaan lämpötilan polymeeri muuttuu lasimaiseksi. Mikäli amorfisen polymeerin lasisiirtymälämpötila on elimistön lämpötilan suuruinen, polymeeri on pehmeämpi ja muovattavampi implantoituna kuin mitä se on huoneenlämmössä. Nämä ominaisuudet voivat vaikuttaa implantin mekaanisiin ominaisuuksiin sekä hajoamisaikaan. (Middleton & Tipton 2000, 2340.)

### **2.2.1 Polylaktidit (PLA)**

Polylaktidi on synteettinen elimistössä liukeneva maitohapon syklinen dimeeri, jota valmistetaan renkaanavauspolymerisaation avulla kahden maitohappomolekyylin (2-hydroksipropanihappo) muodostamasta dimeeristä, dilaktidista (3,6-dimetyyli-1,4-dioksaani-2,5-dioni). Polylaktidia tavataan kolmena optisena isomeerinä, L-muotona (PLLA), D-muotona sekä raseemisena D, L-laktidina (PDLLA). (Middleton & Tipton, 2000, 2337; Gunatillake & Adhikari 2003, 4.) Polylaktidin L-muoto esiintyy luonnostaan ja D, L-muoto on synteettisesti valmistettu D- ja L-laktidin sekoitus. L-muoto on puolikiteinen polymeeri, sillä on korkeahko sulamispiste (173–178 °C) ja sen hajoaminen elimistössä kestää yli kaksi vuotta, joten sitä käytetään yleisesti murtumien kiinnittämisessä ja pehmytkudosten, kuten jänteiden kiinnittämisessä luuhun. (Polso 2008, 11–12.) Polylaktidin L-muodon käyttö implanttimateriaalin komponenttina parantaa materiaalin lujuutta ja pidentää lujuuden säilyttämistä (Pohjonen 2012).

Polylaktidin D, L-muoto on rakenteeltaan amorfinen ja sen käyttö implanttimateriaalin osana rikkoo kiteisyyttä ja hidastaa implantin hajoamista (Polso 2008, 12; Pohjonen 2012). D, L-muodon hajoamisaika elimistössä on vuodesta puoleentoista vuoteen. Tyyppillisesti sitä käytetään lääkevalmisteissa (Polso 2008, 12). Polylaktidi on hyvin kudossyhteensopiva ja elimistön hyvin sietämä materiaali, koska sen hajoaminen tapahtuu normaaleja aineenvaihduntareittejä pitkin soluravinteiksi (Törmälä ym. 2003, 59).

### **2.2.2 Polyglykolidit (PGA)**

Polyglykolidi on yksinkertainen lineaarinen alifaattinen polyesteri, jota valmistetaan renkaanavauspolymerisaatiota käyttäen. PGA on osittain kiteinen (45–55%), sillä on korkea vetolujuus ja korkea sulamispiste (220–225°C), mikä vaikeuttaa materiaalin prosessointia. Polyglykolidi ei liukene useimpiin orgaanisiin liuottimiin sen voimakkaan kiteisen rakenteen takia, mutta liukenee hyvin fluoripitoisiin orgaanisiin liuottimiin. Polyglykolidin kuidut ovat todella lujia ja niillä on suuri kimmomoduuli, mutta ne ovat kuitenkin liian jäykkiä käytettäväksi kirurgisissa ommelangoissa yksistään, joten sitä kopolymerisoidaan muiden monomeerien kanssa, jolloin siitä saadaan vähemmän jäykkä materiaali käytettäväksi ommelangoissa. Polyglykolidia käytetään myös mm. osteosynteesivälineissä ja kontrolloidussa lääkkeen luovutuksessa. (Middleton & Tipton 2000, 2335–2336; Törmälä ym. 2003, 58–59.)

### **2.2.3 Polytrimetykleenikarbonaatti (PTMC)**

Polytrimetyleenikarbonaatti on amorfinen ja biohajoava polyesteri. Sillä on matala lasisiirtymälämpötila (-14 – -20 °C), korkea molekyylipaino sekä kumimaisia ominaisuuksia huoneenlämmössä. (Song ym. 2009, 1270; Burdick & Mauck, 2011, 96.) Polytrimetyleenikarbonaattia voidaan valmistaa renkaanavauspolymerisaation avulla omista syklistä dimeereistään. Elimistössä se hajoaa vaarattomiksi yhdisteiksi hydrolyysin ja entsyymitoiminnan avulla. (Polso 2008, 15.) Polytrimetyleenikarbonaattia käytetään hyvin vähän puhtaana polymeerinä, sen sijaan sitä käytetään kopolymeerikomponenttina implanteissa (Pohjonen 2013b).

### 2.3 Implantin hajoaminen elimistössä

Biohajoavien polymeerien hajoaminen elimistössä tapahtuu yleensä hydrolyysin vaikutuksesta, jolloin polymeeri hajoaa monomeereikseen, jotka poistuvat elimistöstä erittymällä tai metaboloitumalla (Polso 2008, 18).

Biohajoava polyesteri hajoaa elimistössä depolymeroitumisen kautta neljässä eri vaiheessa. Ensimmäisessä vaiheessa implantin rakenteeseen tunkeutuva vesi rikkoo polymeerin molekulaarisia sekundäärisidoksia. Polymeerin alkaessa hajota, sen moolimassa pienenee, jolloin materiaalin mekaaniset lujuusominaisuudet huonontuvat. Materiaaliin alkaa muodostua säröjä, kun sen lujuus laskee likimain nolnaan, jonka jälkeen se murenee pieniksi paloiksi. Seuraavassa vaiheessa, jolloin materiaalin massa alkaa pienentyä, vesi pilkkoo pitkiä polymeeriketjuja lyhyemmiksi vesiliukoiksi fragmenteiksi. Kolmannessa vaiheessa materiaalin moolimassa pienenee sellaiselle tasolle, jossa materiaali muuttuu geelimäiseksi. (Törmälä ym. 2003, 58–59.) Viimeisessä vaiheessa polymeeri pilkkoutuu monomeereiksi, jotka metaboloituvat luonnollisten aineenvaihduntareaktioiden kautta vedeksi ja hiilidioksidiksi (Törmälä ym. 2003, 59; Inion Oy 2013).

Biohajoavien polymeerien hajoamisreaktion elimistössä vaikuttavat useat eri tekijät, kuten polymeerien kemiallinen koostumus, rakenne, moolimassa, hydrofiilisuus, sterilointimenetelmä, puhtaus, kiteisyys ja huokoisuus. Implantin ollessa biologisessa ympäristössä, sen hajoamisnopeuteen vaikuttavat myös entsyymitoiminta, verenkierto, aineenvaihdunnan nopeus ja mekaaninen rasitus. (Pohjonen 1995, 97.)

### 2.4 Biohajoavat implantit

Lääketieteellisissä sovelluksissa käytetään erilaisia biohajoavista polymeereistä valmistettuja implantteja, joilla on erilaisia käyttökohteita elimistössä. Niitä voidaan käyttää korvaamaan, yhdistämään ja tukemaan kudoksia, ohjaamaan kudosten kasvua sekä erottamaan kudoksia toisistaan. Biohajoavasta materiaalista valmistettuja implantteja käytetään mm. haavan sulkemisessa, verisuonikirurgiassa, kosmeettisessa kirurgiassa, kudosten korjauksessa ja lääkeaineen viemisessä elimistöön esimerkiksi antibioottiruuville. (Pohjonen 2012.) Yleisimmin valmistettuja implantteja ovat ommellangat, ruuvit, levyt ja pinnit (Pohjonen 2013b). Biohajoavan implantin materiaali ja muoto valitaan hoidet-

tavan kudoksen paranemisnopeuden ja tyyppin mukaan (Middleton & Tipton 2000, 2336).

Biohajoavan implantin käytön edellytyksenä on kudoksen paraneminen niin, että jossain vaiheessa implantti jää tarpeettomaksi. Implantin tulee liueta käyttökohteessaan käyttötarkoituksen mukaisesti, jonka vuoksi erilaisissa käyttökohteissa käytetään liukenemisominaisuuksiltaan erilaisia implantteja. Implantti ei saa menettää mekaanista lujuuttaan ennen kuin korjattava kudos on parantunut, mutta materiaalin on hävittävä riittävän pian luutumisen jälkeen, jotta kudoksen kasvu ja muokkaantuminen eivät häiriintyisi. (Waris ym. 2004, 674.) Parantumisen aikana implantti menettää lujuuttaan asteittain luovuttaen rasitusta luulle. Implantti hajoaa itse samanaikaisesti ja poistuu elimistöstä, kun kudos on parantunut. (Claes 1992, 41; Waris ym. 2004, 673.) Biohajoava implantti liukenee, joten implantin poistoleikkausta ei tarvita, mikä vähentää kustannuksia, potilaalle aiheutuvaa kipua ja infektoriskiä (Suuronen & Asikainen 2004, 2003).

Inion Oy kehittää ja valmistaa biohajoavia lääketieteellisiä implantteja sekä muita biomateriaalien kirurgisia sovelluksia kasvo- ja kallokirurgiaan, selkärangan kirurgiaan, hammaskirurgiaan sekä polven eturistisiteen kiinnitykseen (kuva 1). Inion Oy:n tuotteita ovat biohajoavat levyt, ruuvit, pinnit ja membraanit, joita käytetään tehostamaan luun tai pehmytkudoksen paranemista korjaavassa kirurgiassa ja traumatologiassa. (Inion Oy, 2013.) Tuotteilla on yli kymmenen vuoden kliinisen käytön kokemus ja Inion Oy:n implantteja on käytetty yli 150 000 leikkauksessa (Pohjonen 2012). Inion Oy käyttää implanteissaan materiaaleina L-laktidia, D, L-laktidia, glykolidia sekä trimetyleenikarbonaattia. Implantit valmistetaan tehtaan puhdastilassa ekstruusion, ruiskuvalun ja ahtopuristuksen avulla.



KUVA 1. Inion Hexalon-ruuvi (inion.fi)



## 2.5 Biohajoavien implanttien valmistusmenetelmät ja sterilointi

Biohajoavien implanttien prosessointimenetelmät vaikuttavat oleellisesti niiden fysikaalisiin ja kemiallisiin ominaisuuksiin sekä biologiseen käyttäytymiseen (Waris ym. 2004, 675). Biohajoavien polymeerien prosessointi on haastavaa, sillä polymeerit ovat usein herkkiä lämmölle ja leikkausvoimille. Prosessoinnin haasteena on polymeerin molekyylipainon aleneminen johtuen polymeerisidosten hydrolyyttisestä herkkyydestä sekä stabilointiaineiden käyttökiellosta. (Michaeli & von Oepen 1992, 21; Middleton & Tipton 2000, 2341.) Kosteus valmistuksen aikana voi johtaa polymeerin molekyylipainon alenemiseen sekä muuttaa valmiin polymeerin ominaisuuksia. Jotta näiltä haitoilta vältyttäisiin, on huolehdittava polymeerin kuivaamisesta ennen termistä prosessointia ja vältettävä polymeeriin koskemista valmistuksen aikana. Näillä toimenpiteillä ehkäistään kosteuden muodostumista polymeeriin. (Middleton & Tipton 2000, 2341.) Sterilointi asettaa tuotteille omat haasteensa, sillä implanttien tulee olla steriilejä, mutta esim. säteilysterilointi ei saa vahingoittaa polymeerejä liikaa (Polso 2008, 33).

### 2.5.1 Prosessointi

Biohajoavista polymeereistä voidaan prosessoida implantteja ekstruusion, ruiskuvalun ja ahtopuristuksen avulla (Middleton & Tipton 2000, 2340–2341). Ekstruusiolla valmistetaan aihiota, kuten tankoa, josta valmistetaan isoja ruuveja sorvaamalla ja itselujitettuja ruuveja polymeerin orientointikoneen ja sorvauksen avulla. Ruiskuvalamalla valmistetaan ruuveja, levyjä sekä pinnejä, joille ei tarvita hyvin suurta lujuutta. (Pohjonen 2013b.)

Ekstrudoimalla eli suulakepuristamalla voidaan valmistaa biohajoavien implanttien valmistamiseen pyöreää tai latta-aihiota. Ekstruusiossa polymeeriraaka-aine plastisoidaan ja muotoillaan jatkuvana prosessina suulakkeen läpi halutun profiilin muotoiseksi ja paksuiseksi ahioksi. Tällä tavoin valmistetaan jatkuvaa profiilia, jota katkotaan sopivan mittaisiksi aihioiksi. Ekstruuderin sulattaa, kuljettaa ja homogenoi muovigranulaatit sekä plastisoi ne leikkausvoimien, paineen, kitkan ja lämmön avulla. Sen sisällä oleva ruuvi työntää sulan muovin suuttimen läpi, jonka jälkeen muodostunut profiili jäähyte-

tään ja kalibroidaan. (Muovimuotoilu 2013.) Lopuksi aihio hiotaan ja sorvataan monikaratyöstökoneella valmiiksi tuotteiksi eli ruuveiksi.

Itselujitettu aihio ekstrudoidaan, jonka jälkeen aihio vedetään orientointikoneen suulakeen läpi eli fibrilloidaan. Tällöin aihion pituus sekä lujuus kaksinkertaistuvat, johtuen molekyyliketjujen järjestäytymisestä yhdensuuntaisiksi. Polymeerin fysikaalinen rakenne muuttuu kemiallisen koostumuksen säilyessä muuttumattomana. (Pohjonen 2013b.)

Lattalevyjä valmistetaan ahtopuristamalla latta-aihiota. Ahtopuristamisen jälkeen levy työstetään haluttuun muotoon eli lopullisiksi tuotteiksi.

Ruiskupuristuksessa eli ruiskuvalussa annostelusylinterin sisällä pyörivä ruuvi ottaa polymeerin syöttöaukosta ja plastisoi materiaalin leikkausvoimien, paineen, kitkan ja lämmön avulla. Kierukan pyöriessä ruuvi liikkuu samanaikaisesti taaksepäin, kunnes ruuvin eteen on kertynyt riittävä määrä polymeerimateriaalia. Sen jälkeen ruuvi puristaa sylinterissä olevan materiaalin männän tavoin edessä olevaan suulakeosaan ja kanavien kautta sylinterin edessä olevaan suljettuun muottiin. Polymeerin muovauduttua muottiin, kone poistaa valmiin tuotteen ruiskupuristimesta jäähtymisajan jälkeen. (Väliaho 39.)

## 2.5.2 Sterilointi

Lääketieteellisissä sovelluksissa käytettävien implanttien ja lääkeaineiden tulee olla steriilejä, joten sterilointi on välttämätöntä implantoitaville tuotteille (Davis 2003, 18). Lääkeainetta sisältävien implanttien lääkeainetta ei kuitenkaan tarvitse steriloida, mikäli valmistusmenetelmä itsessään on täysin aseptinen. Sterilointimenetelmän on oltava niin tehokas, että se tappaa elävät mikro-organismit ja virukset, mutta se ei saa muuttaa eikä vahingoittaa lääkevalmistetta. (Davies 2003, 18; Polso 2008, 35.) Polymeerituotteen steriloinnissa materiaalin molekyylipaino ei saa laskea liikaa. Tuotetta voidaan kutsua steriiliksi silloin, kun todennäköisyys elävän mikrobin olemassaololle tuotteessa on korkeintaan yksi miljoonasta. (Davies 2003, 18.) Polyesterit ovat herkkiä lämmölle, kosteudelle ja säteilylle, joten on tärkeää valita sopiva sterilointimenetelmä. Höyry- ja kuivalämmitys saattavat muuttaa implantin muotoa, mikä ei ole sallittavaa, joten tällaiset sterilointimenetelmät eivät ole mahdollisia biohajoavien implanttien sterilointiin.

(Buschow ym. 2001, 7668.) Implantin steriiliys on saavutettava validoidun sterilointiprosessin aikana ja ylläpidettävä tiiviin pakkauksen avulla siihen asti, kunnes tuote on implantoitu (Hench & Jones 2005, 242). Käytetyimmät biohajoavien implanttien sterilointimenetelmät ovat gammasterilointi, joka pienentää polymeerin molekyylipainoa sekä etyleenioksidisterilointi (EtO), joka ei vaikuta polymeerin molekyylipainoon (Pohjonen 2013b).

Gammasterilointi on nopea ja edullinen sterilointimenetelmä, sillä gammasteriloimalla pystytään steriloimaan suuria määriä tuotteita kerralla. Menetelmän tehokkuus perustuu gammasäteiden erinomaiseen penetroitumiskykyyn, jolla pystytään varmistamaan koko materiaalin steriloituminen. (Massey 2005, 2.) Gammasterilointi pienentää biohajoavan implantin molekyylipainoa ja siksi haurastuttaa implanttimateriaalia, mikä on otettava huomioon jo implantin tuotekehitysvaiheessa.

Kaasusterilointia käytetään sterilointimenetelmänä vain siinä tapauksessa, ettei mikään lämpöön tai säteilyyn perustuva sterilointi ole mahdollista (Middleton & Tipton 2000, 2342). Etyleenioksidi on toksinen kaasu, jota käytetään yhdessä hiilidioksidin kanssa steriloimaan tuotteita (Gordon & Joseph 2003, 162–163). Etyleenioksidia käytetään kaasusteriloinnissa johtuen sen ominaisuudesta steriloida matalassa lämpötilassa (50–60 °C) ja haihtua nopeasti, mikäli kaasua pääsee absorboitumaan (Massey 2005, 2). Kaasusterilointi etyleenioksidilla tapahtuu suljetussa kammiossa ja steriloinnin päätyttyä on varmistuttava siitä, että kaasu poistuu tuotteesta kokonaan, ennen kuin tuote on mahdollista pakata (Gordon & Joseph 2003, 163). Etyleenioksidisteriloinnin haitta on sen hitaus, sillä steriloinnin jälkeen kaasun häviämien tuotteesta vaatii pitkäaikaisen kuivauksen vakuumissa. Muita haittoja ovat etyleenioksidin toksisuus sekä epäily sen karsinogeenisyydestä. (Polso 2008, 36.) Etyleenioksidisterilointi ei vahingoita tai muuta biomateriaalista valmistetun implanttituotteen rakennetta, mikä on sterilointimenetelmän huomattava etu esimerkiksi verrattuna gammasterilointiin (Rogers 2005, 206).

## **2.6 Itselujitettu ja itselujittamaton implanttimateriaali**

Itselujitetulla polymeerillä tarkoitetaan polymeeriä, jonka mekaanisia ominaisuuksia parannetaan orientoimalla sen mikrorakennetta. Ekstrudoidusta biohajoavasta aihioista valmistetaan fibrilloinnin avulla itselujitettua aihiota, jolla on hyvä mekaaninen kestä-

vyys ja lujuus. Itselujitetun implantin taivutusmoduuli voi olla aluksi teräslevyjen myötölujuutta vastaava (300–400 MPa). (Waris ym. 2004, 675.) Itselujittamisen avulla pystytään lisäämään polymeerin mekaanista kestävyyttä ilman implantin koon huomattavaa kasvua. Levyjä, joilla on itselujitettu komposiittirakenne, voidaan taivuttaa huoneenlämmössä haluttuun muotoon ilman erillistä lämmityslaitetta. (Waris ym. 2004, 675; Suuronen & Asikainen 2004, 2004.) Itselujitetusta materiaalista valmistettua implanttia on mahdollista muotoilla neljä kertaa ennen kuin sen mekaaniset ominaisuudet heikentyvät (Kontakis ym. 2007, 161). Materiaalille on ominaista myös sitkeys, korkea lujuus sekä sopiva luuta vastaava elastisuus (Rokkanen ym. 1996, 123). Tuotteita, joilla voi olla itselujittuvuusominaisuus, ovat mm. biohajoavat levyt sekä ruuvit ja pinnit (Pohjonen 2013b).

Itselujittamattomalla implanttimateriaalilla tarkoitetaan sulatyöstettyä materiaalia, jota ei ole orientoitu. Tällaisilla implanttimateriaaleilla on haluttu mekaaninen kestävyys jo itsessään. Tuotteita voivat olla mm. osa ruuveista, levyt, membraanit ja pinnit. (Pohjonen 2013b.)

## **2.7 Biohajoavalle implanttimateriaalille asetettavat vaatimukset**

Lääketieteen sovelluksissa käytettäville polymeerisille biomateriaaleille on asetettu vaatimukset, jotta niiden käyttö olisi turvallista. Vaatimukset koskevat implantin mekaanisia ominaisuuksia, kliinisiä ominaisuuksia sekä kudossyhteensopivuutta.

Biohajoavasta materiaalista valmistettu implanti on kosketuksissa kudosten kanssa, joten sen on oltava kudossyhteensopiva, veren kanssa yhteensopiva, ei-karsinogeeninen, ei-toksinen, ei-allergiaa aiheuttava sekä ei-mutageeninen (Gogolewski 2000, 28). Muita implanttimateriaalille asetettuja vaatimuksia ovat steriloitavuus, kemiallinen inerttiys ja stabiilius tai sen hallittu biohajoaminen riittävällä nopeudella. Implantilla on myös oltava riittävät mekaaniset ja fysikaaliset ominaisuudet käyttökohteeseensa, sopiva koko ja muoto. (Törmälä ym. 2003, 42.) Implanttimateriaalin on pysyttävä muuttumattomana säilytyksen ajan ja sen tulee olla helposti prosessoitavissa haluttuun muotoon (Polso 2008, 23). Biohajoavan implantin on myös liuettava ja poistettava elimistöstä, kun se on täyttänyt tehtävänsä kudoksen tukijana (Middleton & Tipton 2000, 2336). Lääkeimplan-

teissa käytettävän lääkeaineen on sovittava yhteen matriisimateriaalin kanssa sekä oltava riittävän tehokas, jotta implantin koko ei muodostu ongelmaksi (Polso 2008, 23).

## **2.8 Biohajoavalta implantilta vaadittavat mekaaniset ominaisuudet**

Biohajoavia implantteja käytetään useissa eri käyttökohteissa, joten implanteille on myös erilaisia mekaanisia vaatimuksia käyttökohteen mukaan.

Implantin on säilytettävä riittävä lujuus elimistössä, kunnes ympäröivä kudos on parantunut (Middleton & Tipton 2000, 23). Sen tulee hajota ja poistua elimistöstä täytettyään tehtävänsä luun tukijana, jotta luun kasvu ja muokkaantuminen eivät kärsisi (Waris ym. 2004, 674). Biohajoavalla implanttimateriaalilla on oltava mekaanisia ominaisuuksia kuten puristus-, taivutus, veto- ja väsymislujuus sekä kovuus (Törmälä ym. 2003, 19). Niiltä vaaditaan myös kestävyyttä, jäykkyyttä, sitkeyttä, pientä kokoa sekä sopivaa implantin hajoamisaikaa, mutta implanttien ideaaliset ominaisuudet vaihtelevat kuitenkin kudos- ja sovelluskohtaisesti (Pohjonen 2013a). Mekaaniseen kestävyYTEEN voidaan vaikuttaa käyttämällä erilaisia maitohappopolymeerin ja polyglykolin yhdistelmiä. (Törmälä ym. 2003, 19–20.) Tuotteiden mekaanisten ominaisuuksien on oltava myös sellaiset, että luukudosta muodostuu implantin kannattamalle alueelle. Implantin täytyy pysyä myös rakenteellisesti muuttumattomana uuden luukudoksen muodostumisen alkuvaiheessa. (Navarro ym. 2008, 1147.)

### 3 MEKAANINEN TESTAUS

#### 3.1 Mekaanisen testauksen määrittely

Mekaanisella testauksella tarkoitetaan materiaalin tai tuotteen mekaanisten ominaisuuksien määrittämistä sekä materiaalin ja laitteiden käyttäytymistä. Mekaanista testausta voidaan myös kutsua prosessiksi, jossa käytetään voimaa, puristusta, siirtymistä ja lämpöä tai muita samankaltaisia mekaaniseen systeemiin kohdistuvia ärsykeitä ja niiden vasteiden mittaamista. Ärsykkeen on mahdollista olla joko syklistesti muuttuva tai staattisesti muuttumaton ja se voi esiintyä paikallisena tai hajautettuna yhdessä tai useassa kohdassa. (Test Machines 2013.)

Testaus tarjoaa tietoa laadunvalvontaan, tuotteen tai materiaalin hyväksymiseen tai hylkäämiseen käyttötarkoitukseensa sekä tutkimus- ja tuotekehitykseen. Mekaanisella testauksella voidaan määrittää materiaalin elastisia ja dynaamisia ominaisuuksia käyttäen materiaaliin kohdistuvaa ulkoista ärsykettä, joka on yleensä voima. Testaamalla nähdään soveltuuko materiaali tai tuote sille suunniteltuun käyttötarkoitukseen mittaamalla erilaisia materiaaliominaisuuksia, kuten elastisuutta, murtojäykkyyttä, lujuutta sekä myötörajaa. (Element 2013.) Mekaanista testausta voidaan käyttää myös todentamaan jonkin teorian tarkoituksenmukaisuutta ja tarkkuutta (Test Machines 2013). Jotta mekaanisissa testeissä saataisiin luotettavat testitulokset ja riittävän kattava otos esimerkiksi prosessista, on testikappaleita oltava standardien mukaan vähintään kolme kappaletta.

#### 3.2 Biohajoavien implanttien mekaaniseen kestävyysvaikutteeseen vaikuttavat tekijät

Biohajoavien implanttien mekaaniseen kestävyysvaikutteeseen vaikuttavat monet seikat. Implantin prosessointimenetelmä vaikuttaa oleellisesti sen mekaaniseen kestävyysvaikutteeseen, sillä esimerkiksi itselujitetettu implantti kestää paljon enemmän mekaanista rasitusta itselujittamattomaan implantiin nähden (Waris ym. 2004, 675). Prosessointi vaikuttaa myös implantin molekyylipainoon, kiteisyyteen sekä puhtauteen. Mitä korkeampia nämä tekijät ovat, sitä parempi on implantin mekaaninen kestävyys. (Gogolewski 2000, 30.) Biohajoavien implanttien mekaaniseen kestävyysvaikutteeseen vaikuttaa lisäksi sterilointitapa, sillä yleisesti käytössä oleva gammasterilointi haurastuttaa implanttia ja näin heikentää im-

plantin mekaanista kestävyyttä. Implanttimateriaalin mekaaniseen kestävyYTEEN vaikuttaa myös polymerointiprosessissa mm. monomeerin ja katalysaattorin valinta sekä apuaineiden käyttäminen. Nämä tekijät puolestaan vaikuttavat polymeerin hydrofiilisyyteen, kiteisyyteen, sulamis- ja lasisiirtymälämpötilaan, molekyyli-painoon, molekyyli-painojakaumaan, pääteryhmiin sekä jäljellä olevien monomeerien tai apuaineiden läsnäoloon. (Middleton & Tipton 2000, 2336.)

### 3.3 Mekaaniset testausmenetelmät

Biohajoavia implantteja testataan sekä huoneenlämmössä että laboratorio-olosuhteissa (in vitro). Vertailutesteissä määritetään polymeerin kemialliset ja mekaaniset muutokset, kuten polymeerin pehmeneminen. Testejä tehdään fysiologisissa puskuriliuoksissa, jotta nähdään miten implantit ja näin ollen testitulokset muuttuvat implanttien ollessa kehon sisällä. (ISO 15814, 1; Pohjonen 2013b.) Implantteja testataan laboratoriotestien lisäksi myös eläimillä (in vivo). Edellä mainituilla implanttien testausmenetelmillä saaduista tuloksista ei voida kuitenkaan aina tehdä päätelmiä implanttien sopivuudesta ihmiselle. Tulokset eivät myöskään anna täysin luotettavaa kuvaa implantin ominaisuuksista tietyissä kliinisissä olosuhteissa. Kliininen tutkimus onkin ainoa tapa jatkaa tutkimuksia eläinkokeiden jälkeen. (Rokkanen ym. 2000, 2608.)

Opinnäytetyön aineenkoetuskokeet tehtiin Inion Oy:n tutkimus- ja tuotekehityslaboratoriossa aineenkoetuskoneella Zwick Z020/TH2A, 10 kN anturilla (kuva 2). Ohjelmana aineenkoetuskoneelle toimi testXpert V 11.0. Kokeissa käytettiin koekappaleina ekstruoidut itselujitettua 7 mm:n paksuista pyöreää polylaktidiaihiota sekä samasta pyöreästä aihioista ahtopuristimella puristettua 3,1 mm:n paksuista levyä. Kokeet suoritettiin Inion Oy:lle luotujen standardien mukaisesti ja käytetyt testijigit valittiin aineenkoetuskokeen mukaan. Kokeet suoritettiin huoneenlämmössä. Menetelmäohjeet ovat esitetty liitteinä (liite 1), (liite 2) ja (liite 3) opinnäytetyön lopussa.



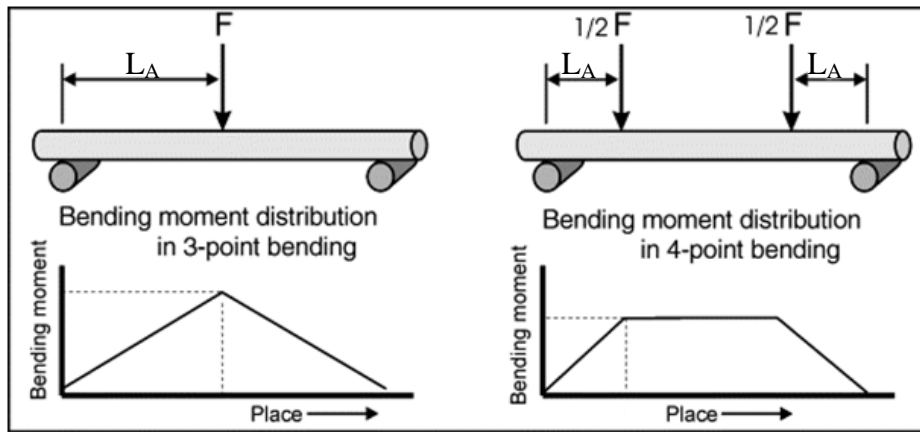
KUVA 2. Aineenkoetuskone (Kuva: Tiia Junno 2013)

### 3.3.1 3- ja 4-pistetaitvutuskoe (3-point and 4-point bending test)

Taivutuskokeiden tarkoituksena on määrittää itselujitetun ja itselujittamattoman biohaioavan kappaleen taipumisominaisuuksia.

3-pistetaitvutuksessa kuormitus tulee kolmeen pisteeseen horisontaalisesti kannattimien päällä lepäävälle koekappaleelle (kuva 3). Ulkoinen kuormitus tulee kannattimien ja näin ollen tukivälin ( $L$ ) keskelle, mahdollisimman lähelle koekappaleen keskiosaa. (ASTM D790-10.) 4-pistetaitvutuksessa kuormitus tulee neljään pisteeseen horisontaalisesti kannattimien päällä lepäävälle koekappaleelle (kuva 3). Ulkoinen kuormitus tulee kannattimien ja tukivälin kahteen pisteeseen, samalle etäisyydelle tukipisteistä. 3- ja 4-pistetaitvutuksen eroina ovat taivutusmomentin maksimikohta ( $F_{\max}$ ) sekä koekappaleen pituussuuntaisen säikeen maksimijännitys. 4-pistetaitvutuksessa maksimi taivutusmomentti ( $F$ ) ja tästä johtuvan aksiaalisen jännityksen ja venymän maksimi ovat jakautuneet tasaisesti tukivälillä taivutuspainimien välillä. 3-pistetaitvutuksessa maksimi taivutusmomentti ja tästä johtuvien aksiaalisen jännityksen ja venymän maksimit sijoittuvat tukivälillä taivutuspainimen alle. (ASTM D6272-10.)





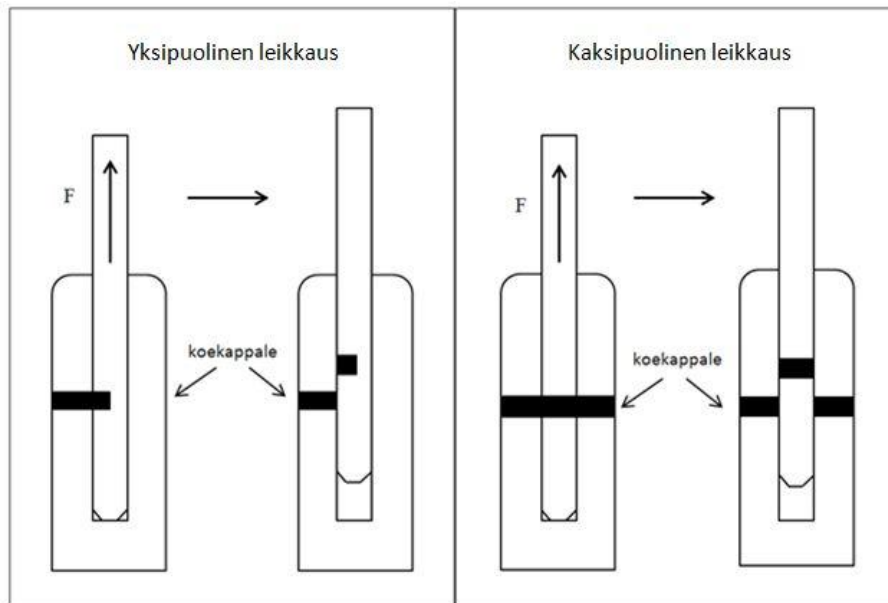
KUVA 3. Taivutusmomenttijakauma 3- ja 4-pistetaivutuksessa (sciencedirect.com, muokattu)

3-pistetaivutuskoe on yleinen testausmenetelmä biohajoaville aihioille ja tuotteille. 4-pistetaivutusta on mahdollista käyttää vain sellaisille tuotteille ja aihioille, jossa implantin koko suhteessa kokeen tukivälin pituuteen on riittävä, sillä kahden taivutuspainimen on mahdollista tukivälille taivuttamaan koekappaletta. (Pohjonen 2013b.)

Taivutuskokeissa haluttiin määrittää pyöreän aihion ja lattalevyn kimmokerroin ( $E$ ), myötövoima ( $R_p \times$ ), venymä voimalle ( $\epsilon R_m$ ), lujuus voimalle ( $R_m$ ), maksimi voima ( $F_{\max}$ ) ja jäykkyys ( $k$ ). Aineenkoetuskoneen ohjelma TestXpert laski arvot aihion ja levyn jäykkyydelle ( $k$ ), kimmokertoimelle ( $E$ ) ja maksimi taivutusvoimalle ( $\sigma_f$ ) käyttäen ohjelman omia laskukaavoja. Kaavat ja parametrien arvot todennettiin oikeiksi laskeamalla arvot manuaalisesti käyttäen implanttien muovi- ja metallistandardeista ja muualta otettuja laskukaavoja.

### 3.3.2 Leikkauskoe (shear test)

Leikkauskokeen tarkoituksena on määrittää itselujitetun ja itselujittamattoman biohajoavan leikattavan kappaleen suhteellinen lujuus. Leikkauskokeessa koekappale leikkautuu osiin ylöspäin vetävän ulkoisen voiman ( $F$ ) vuoksi. Leikkauskoe voidaan tehdä yksi- tai kaksipuolisena (kuvio 1). Yksipuolisessa leikkauksessa koekappale leikataan kahteen osaan, jolloin muodostuu yksi repäisyypinta. Kaksipuolisessa leikkauksessa testikappale leikkautuu kolmeen osaan, jolloin muodostuu kaksi repäisyypintaa.



KUVIO 1. Yksipuolinen ja kaksipuolinen leikkaus

Valmistetussa menetelmäohjeessa pyöreälle aihiolle suoritettiin yksipuolinen leikkauskoe ja lattalevyille kaksipuolinen leikkauskoe. Yksipuolista leikkausta käytetään pääasiassa pienten ruuvien leikkauskokeissa, sillä niiden pituus ei riitä leikattavaksi kahdesta kohdasta. Kaksipuolisella leikkauksella määritetään isojen ruuvien sekä pinnien, levyjen ja aihioden lujuutta. Leikkauskoe on yksinkertainen ja nopea mekaaninen aineenkoetusmenetelmä. (Pohjonen 2013b.)

Leikkauskokeessa määritettiin pyöreän aihion yksipuolisen leikkauksen maksimi voima ( $F_{\max}$ ), venymä voimalle ( $\epsilon$   $R_m$ ) ja lujuus voimalle ( $R_m$ ) ja kaksipuolisesti leikatulle lattalevyille näiden lisäksi leikkauslujuuden maksimi ( $\sigma$ ). Aineenkoetuskoneen ohjelman TestXpertin laskemat arvot leikkausvoiman maksimille ( $\sigma$ ) käyttäen ohjelman omaa kaavaa todennettiin oikeiksi laskemalla arvot manuaalisesti implanttien muovi- ja metallistandardien leikkausvoiman laskukaavojen avulla.

## 4 POHDINTA

Työn tavoitteena oli luoda sisäiset standardoidut mekaanisen testauksen menetelmäohjeet 3- ja 4-pistetaivutuskokeille ja leikkauskokeelle. Luotujen menetelmäohjeiden tuli kirjoitusmalliltaan mukailla muovisten ja metallisten implanttien kansainvälisiä standardoituja menetelmäohjeita. Nämä tavoitteet saavutettiin ja biohajoaville implanttimateriaaleille ja -tuotteille luotuja sisäisiä mekaanisen aineenkoetuksen menetelmäohjeita tullaan käyttämään tutkimus- ja tuotekehitysosastolla Inion Oy:ssä. Menetelmäohjeet ovat englanninkieliset, joten niiden on mahdollista palvella kansainvälisen yrityksen kaikkia mahdollisia mekaanisten testien parissa työskenteleviä työntekijöitä. Työssä luotua menetelmäohjeiden kirjallisuusmallia voidaan käyttää Inion Oy:ssä jatkossa laadittavien muiden mekaanisten aineenkoetuskokeiden menetelmäohjeiden pohjana. Luotuja menetelmäohjeita voidaan käyttää myös kansainvälisinä malleina biohajoavien implanttien mekaanisten testien standardoiduille menetelmäohjeille.

Opinnäytetyössä haluttiin todentaa aineenkoetuskokeen ohjelman 3- ja 4-pistetaivutuskokeissa ja leikkauskokeessa käyttämät parametrien laskukaavat oikeiksi. Parametrien laskukaavat etsittiin muualta ja parametrien arvot laskettiin manuaalisesti laskimella. Manuaalisesti määritettyjä parametrien arvoja verrattiin aineenkoetuskoneen antamiin arvoihin ja tulosten ollessa samat, voitiin aineenkoetuskoneen todeta käyttävän oikeita laskukaavoja tutkittujen parametrien laskemiseksi.

Työn tarkoituksena oli myös luoda sisäiset menetelmäpohjat aineenkoetuskoneen ohjelmaan. Menetelmäpohjien haluttiin sisältävän vain tietyt, useimmiten tarvittavat parametrit, jolloin näitä testejä olisi aineenkoetuskoneeseen vähemmänkin perehtyneen henkilön helppo tehdä, kun halutut parametrit olisivat jo valmiina testipohjassa. Aiemmin jokaista mekaanista testausta varten oli luotu oma menetelmäpohja, johon oli valittu halutut parametrit tai tyhjennetty aikaisempi saman mekaanisen testin menetelmäpohja parametrien arvoista ja tehty koe tyhjennetylle menetelmäpohjalle. Sisäiset menetelmäpohjat saatiin luotua ja tallennettua aineenkoetuskoneen ohjelmaan ja niitä tullaan käyttämään laboratorion mekaanisten aineenkoetuskokeiden menetelmäpohjina.

Työssä haluttiin lisäksi määrittää biohajoavan implantin myötökohdan laskukaava erilaisissa taivutuskokeissa erilaisille materiaaleille ja tuotteille. Myötökohdan laskukaavat

saatiin määritettyä ja ne lisättiin tehtyjen mekaanisten testien menetelmäpohjiin aineen-koetuskoneen ohjelmaan.

Tutkimus- ja tuotekehitysosastolla sekä laboratoriossa työskentelevien asiantuntevat mielipiteet, kommentit ja kehittämisideat myötävaikuttivat opinnäytetyön edetessä siihen, että menetelmäohjeista saatiin tehtyä toimivat ja halutunlaiset. Opinnäytetyön tekeminen oli kokonaisuudessaan hyvin opettavaista ja mielenkiintoista ja työn tekeminen sujui suunnitellusti. Työtä tehdessäni pääsin tutustumaan syvällisemmin biohajoaviin implantteihin ja mekaaniseen testaukseen. Työ toteutettiin Inion Oy:ssä tammikuun ja maaliskuun 2013 välisenä aikana.

## LÄHTEET

Aho, A., Anderson, Ö., Heikkilä, J., Keränen, J., Konttinen, Y., Lappalainen, R., Lepojärvi, M., Nevalainen, J., Santavirta, S., Salenius, J., Tarvainen, T., Vallittu, P., Viljanen, V., Waris, E., Waris, V. & Törmälä, P. (toim.) 2003. Yleiskatsaus terveydenhuollon laitteissa ja tarvikkeissa käytettyihin biomateriaaleihin. Lääkelaitoksen julkaisusarja 3/2003, 1–102.

ASTM D6272-10 –standardi. Standard Test method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials by Four-Point Bending. 2010.

ASTM D790-10 –standardi. Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials. 2010.

Burdick, J.A. & Mauck, R.L. Biomaterials for Tissue Engineering Applications. A Review of the Past and Future Trends. 2011. Wien: SpringerWienNewYork.

Buschow, K.H., Cahn, R. W., Flemings, M. C., Ilshner, B., Kramer, E. J. & Mahajan, S. 2001. Encyclopedia of Materials. Science and Technology, Volumes 1–11. Oxford: Elsevier Science Ltd.

Claes, L. 1992. Mechanical Characterization of Biodegradable Implants. *Clinical Materials* 10, 41–46.

Davis, J.R. 2003. Handbook of Materials for Medical Devices. ASM International.

Element. Mechanical Testing. Luettu 18.3.2013. <http://www.element.com/services-index/services/mechanicaltesting>

Gogolewski, S. 2000. Bioresorbable polymers in trauma and bone surgery. *International Journal of the Care of the Injured*. Injury 31/2000, 28–32.

Gordon, Jr. & Joseph, M. 2003. Industrial Design of Plastics Products. John Wiley & Sons.

Gunatillake, P & Adhikari, R. 2003. Biodegradable Synthetic Polymers for Tissue Engineering. *European Cells and Materials* 5/2003, 1–16.

Hench, L.L. & Jones, J.R. 2005. Biomaterials. Artificial Organs and Tissue Engineering. Woodhead Publishing.

Inion Oy. 2013. Luettu 4.3.2013. <http://www.inion.fi/>

ISO 15814 –standardi. Implants for surgery – Copolymers and blends based on polylactide -In vitro degradation testing. 1999.

Kontakis, G.M., Paglakos, J.E., Tosounidis, T.I., Melissas, J. & Katonis, P. 2007. Bioabsorbable Materials in Orthopaedics. *Acta Orthopædica Belgica* 73 (2), 159-169.

- Massey, L.K. 2005. Effects of Sterilization Methods on Plastics and Elastomers. The Definitive User's Guide and Databook (2nd Edition). William Andrew Publishing/Plastics Design Library.
- Middleton, J. & Tipton, A. 2000. Synthetic Biodegradable Polymers as Orthopedic Devices. *Biomaterials* 21: 2335–2346.
- Michaeli, W. & von Oepen, R. 1992. Injection Moulding of Biodegradable Implants. *Clinical Materials* 10, 21–28.
- Muovimuotoilu. 2013. Taideteollinen korkeakoulu. Luettu 12.3.2013. <http://www.muovimuotoilu.fi/>
- Navarro, M., Michiardi, A., Castaño, O. & Planell, J.A. 2008. Biomaterials in Orthopaedics, *Journal of the royal society. Interface* 5, 1137–1158.
- Pohjonen, T. 1995. SR-PLLA:n valmistus, rakenne ja ominaisuudet. Tampereen teknillinen korkeakoulu. Materiaalitekniikan osasto. Lisensiaatintutkimus.
- Pohjonen, T. tutkimus- ja tuotekehitys johtana. 2012. Biodegradable Inion® Polymers. Luentomateriaali. Tampere: Inion Oy.
- Pohjonen, T. tutkimus- ja tuotekehitys johtaja. 2013a. Principles of Biodegradable Polymers as Medical Devices. Luento. Luento Kalevan lukion kemianopiskelijoille 20.2.2013. Tampere: Inion Oy.
- Pohjonen, T. tutkimus- ja tuotekehitys johtaja. 2013b. Haastattelu 4.3.2013. Haastattelijana Junno, T. Tampere.
- Polso, T. 2008. Kudoksen kasvua ohjaavan kalvon säilyvyystutkimus. Helsingin yliopisto. Farmasian tiedekunta. Pro gradu –tutkielma.
- Rogers, W.R. 2005. Sterilisation of Polymer Healthcare Products. Shrewsbury: Smithers Rapra.
- Rokkanen, P., Böstman, O., Vainionpää, S., Mäkelä, A., Hirvensalo, E., Partio, E.K., Vihtonen, K., Pätiälä, H. & Törmälä, P. 1996. Absorbable Devices in the Fixation of Fracture. *The Journal of Trauma. Injury, Infection and Critical Care* 40 (3), 123–127.
- Song, Y., Kampshuis, M.M.J., Zhang, Z., Sterk, L.M., Vermes, I., Poot, A.A., Feijen, J. & Grijpma, D.W. 2009. Flexible and elastic porous poly(trimethylene carbonate) structures for vascular tissue engineering. *Acta Biomaterialia* 6/2010, 1269–1277.
- Suuronen, R. & Asikainen, A. 2004. Biohajoavat materiaalit luunkiinnitysvälineinä kasvo- ja leukakirurgiassa. *Lääketieteellinen aikakauskirja Duodecim* 16/2004, 2002–2007.
- Test Machines. Mechanical Testing. Soliton. Luettu 18.3.2013. <http://soliton.ae.gatech.edu/people/jcraig/classes/ae3145/Lab3/test-machines.pdf>
- Väliäho, E. Kumikoneet ja prosessit. n.d. Polymeerien prosessointi. Tampereen ammattikorkeakoulu. Kurssimateriaali.

Waris, E., Ashammakhi, N., Waris, V., Serlo, W., Suuronen, R., Törmälä, P., Konttinen, Y & Santavirta, S. 2004. Biohajoavien kiinnittimien käyttö luukirurgiassa. *Duodecim* 2004 (120), 673–681.

**LIITTEET**

## Liite 1. 3-point bending test

1 (23)

---

**Standard Test Method****Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced  
Biodegradable Implants****Three-point Bending Test****Methods M250 and M251**

---

**Testing Laboratory:** Inion Oy  
Lääkärintäti 2  
FIN-33520 Tampere  
Tel. +358-3-230 6600  
Fax. +358-3-230 6601



Inion Oy

Standard Test Method  
Three-point Bending Test

Page 2 of 11

**Table of contents:**

1	Scope .....	3
2	Definitions .....	3
3	List of Standards.....	4
4	Significance .....	4
5	Procedure .....	4
6	Apparatus.....	7
7	Calculation.....	8
8	Reporting and saving the results.....	10

## 1 Scope

This test method covers the determination of flexural properties of unreinforced and reinforced biodegradable polymers in the form of round solid rods and rectangular solid plates. This test method is generally applicable to both rigid and semirigid materials. This test method utilizes a three-point loading system applied to a simply supported beam.

## 2 Definitions

For the purposes of this standard, the following definitions apply.

Maximum bending stress  $\sigma_f$ : The flexural stress developed when the force reaches a maximum. It is calculated according to the equation (7-4). It is expressed in megapascals, MPa.

Deflection  $f$ : The distance over which the top or bottom surface of the test specimen at mid-span has deviated during flexure from its original position. It is expressed in millimeters, mm.

Deflection at the maximum flexural stress: The deflection is developed when the force reaches a maximum. It is expressed in millimeters, mm.

Slope: Slope of a load-deflection curve equals stiffness ( $k$ ). Stiffness is a measure of the amount of deflection that a load causes in a test specimen. Stiffness is calculated according to the equation (7-1). Stiffness is expressed in Newton per millimeter, N/mm.

Load: A measure of the applied load to a test specimen. It is expressed in Newtons, N.

Young's modulus ( $E$ ): A measure of stiffness of an elastic material and is a quantity used to characterize materials. It is calculated according to the equation (7-2). It is expressed in megapascals, MPa.

Strain: Strain in the surface of the specimen in percent, %.

Rp x: The yield load at 3,5 % strain in the outer surface of the test specimen. It is determined at deflection value of 1,5 x (diameter of solid rod or the thickness of rectangular solid plate test specimen). Rp x is expressed in Newtons, N. Respective yield stress in MPa at 3,5% strain can be calculated using equations (7-4.1 and 7-4.2).

Note 3,5% strain in the outer surface occurs at a foresaid deflection value if support separation is 16 times diameter of solid round rod or the thickness of solid rectangular plate test specimen. If support separation is different than 16:1, calculate multiplier  $n$  in  $fx = n \cdot d$  using equations (7-3.1.2 and 7-3.2.2).

### 3 List of Standards

Standard	Description
ASTM D790-10	Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials
ISO 178:2001	Plastics – Determination of Flexural Properties
ISO 13781:1997	Poly(L-lactide) resins and fabricated forms for surgical implants – In vitro degradation testing
ISO 15814:1999	Implants for surgery – Copolymers and blends based on polylactide – In vitro degradation testing

Table 1. List of standards

### 4 Significance

This method may provide data for quality control, for acceptance or rejection in accordance with the terms of specifications and for research and development.

Flexural properties may vary with specimen depth, temperature, atmospheric conditions and the difference in rate of straining.

### 5 Procedure

Three-point bending test is carried out to determine the flexural strength properties of the billets following the guidelines of the standards ISO 178:2001 and ASTM D790-10. Below is listed on the table (see table 2) the biodegradable implants that this standard

Inion Oy

Standard Test Method  
Three-point Bending Test

Page 5 of 11

applies.

Internal Standard	Type	Temperature
M250	Billet	RT
M251	Billet	37 °C

Table 2. Internal standard of three-point bending of Inion Oy biodegradable implants

According to Internal standard M250 the test specimen is kept in ambient room temperature before testing. Test follows the guidelines ISO 13781:1997 and ISO 15814:1999. Testing is performed in dry conditions at RT.

According to Internal standard M251 the test specimen is kept in phosphate buffer solution at 37°C for 24 hours before testing, following the guidelines ISO 13781:1997 and ISO 15814:1999. Testing is performed in water at 37°C.

Determine the actual dimensions of each test specimen. Preferable test five test specimens, deviations of this can be accepted when separately explained. Align the loading nose and supports so that the axes of the cylindrical surfaces are parallel and the loading nose is midway between the supports. Calculate the rate of crosshead motion as follows and set the machine for the rate of crosshead motion calculated by equation (5-1):

$$R = ZL^2/6D \quad (5-1)$$

where:

$R$  = rate of crosshead motion in mm/min;

$L$  = support separation in mm.  $L$  shall be equal to  $16 \times D$ ;

$D$  = diameter of sample of round rod in mm or thickness of rectangular plate in mm;

$Z$  = rate of straining of the outer fiber in mm/mm min.  $Z$  shall be equal to 0,01.

According to the equation (5-1), the test speed shall be  $0,427 \times D$  in mm/min. However the test speed shall be at least 5 mm/min. The support separation shall be  $16 \times$  the diameter or thickness of the test specimen and the radius of the supports and the loading nose are 5 mm (see figure 1). Cut the billet (to length of support separation +  $2 \times$  overhanging) before testing. The specimen shall be long enough to allow for overhanging on each end at least 10 % of the support separation, but in no case less than 6.4 mm on each end. Overhang shall be sufficient to prevent the specimen from slipping through the supports. Record the load in Newtons and corresponding deflection of the test specimen at the middle of support separation in millimeters.

Determine the stiffness of the test specimen from the slope of the tangent to the initial straight-line portion of the load-deflection curve in N/mm (see figure 2 and equation 7-1). The modulus of elasticity (Young's modulus) in bending of the test specimen is calculated using formula (7-2). Formulas (7-3.1 and 7-3.2) determine the relationship between the strain  $\varepsilon$  (%) of the outer surface of the test specimen at midspan and the deflection  $f_x$  in millimeters. The yield load (N), the maximum load (N), the corresponding strains (mm), the stiffness (N/mm) and failure mode of test specimen are recorded. Maximum bending stress can be calculated using formulas (7-4.1 and 7-4.2).

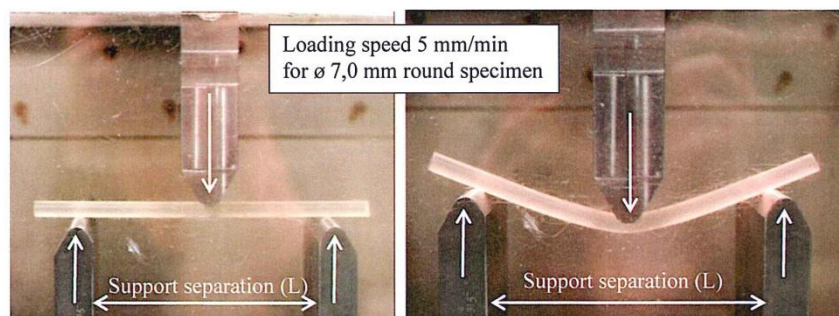


Figure 1. Three-point bending test of a round test specimen

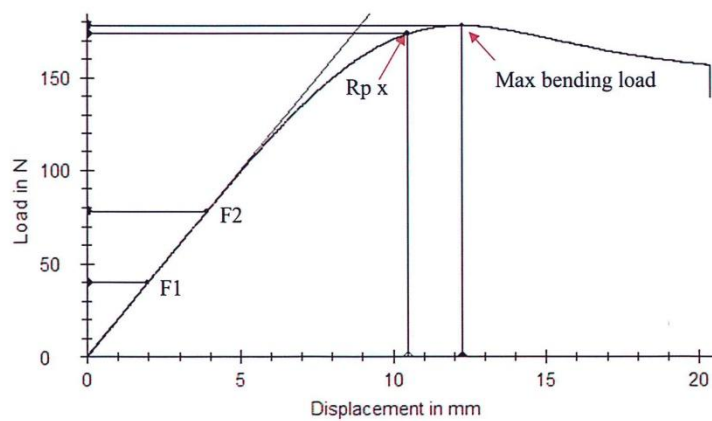


Figure 2. Load-deflection curve of three-point bending



## 6 Apparatus

**Testing Machine** - Mechanical testing is performed using Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine with 10 kN load cell. Manufacturer is Zwick GmbH & Co /Ulm, Germany. Laboratory also has another material testing machine, Zwick/Roell BZ005/TN2A 5 kN. Material testing machines are calibrated. The testing equipment is summarized below (see table 3).

Equipment	Method/use
Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine: 10 kN load cell, measuring range 20-10 000 N in class 1	
Jig. Number: BX070220-317/315 (R5) BX070220-316/314 (R2) 100065 and 100000 (R1)	Mechanical testing, see jig register for more information

Table 3. The testing equipment

**Loading Noses and Supports** – The loading nose and supports shall have cylindrical surfaces. The default radii of the loading nose and supports shall be  $5.0 \pm 0.1$  mm. When other than default loading noses and supports are used, in order to avoid excessive indentation, or failure due to stress concentration directly under the loading nose, they must comply with the following requirements: The minimum radius of 3,2 mm for all specimens. For specimens 3,2 mm or greater depth, the radius of the support may be up to 1.6 times the rectangular specimen depth and up to 1.6 times the round specimen diameter. The arc of the loading nose in contact with the specimen shall be sufficiently large to prevent contact of the specimen with the sides of the nose. The maximum radius of the loading nose shall no more than four times the specimen depth. The loading nose must be centered in the middle of the supports when three-point bending is performed.

**Slide Caliper** – Suitable slide calipers for measuring the dimensions the test specimen and for measuring the support separation, to an incremental discrimination of  $\pm 0,05$ - $0,03$  mm or better should be used. Inion's calibrated digital slide calipers have electronic digital display with 0,01 mm resolution and  $\pm 0,02$  mm accuracy. Certain inaccuracy is acceptable when measuring test specimens.

## 7 Calculation

Stiffness ( $k$ ) of round and rectangular test specimen can be calculated using formula (7-1)

$$k = \frac{(F_2 - F_1)}{(f_2 - f_1)} \quad (7-1)$$

Where  $F_1$  is selected lower bending load in N;  
 $F_2$  is selected higher bending load in N;  
 $f_1$  is the deflection at loading point in mm at lower load in N;  
 $f_2$  is the deflection at loading point in mm at higher load in N.

$F_1$  and  $F_2$  are selected from the deepest straight-line portion of the load-deflection curve. The deflections  $F_1$  and  $F_2$  are obtained according to the test sample from the load-deflection curve (see figure 2).

Young's modulus ( $E$ ) can be calculated using formula (7-2)

$$E = \frac{k \cdot L^3}{48I} \quad (7-2)$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $I = \pi D^4 / 64$  is moment of inertia for round specimen in  $\text{mm}^4$ ;  
 $D$  is the diameter of round rod in mm.  
 $I = bd^3/12$  is moment of inertia for rectangular specimen in  $\text{mm}^4$ ;  
 $b$  is the width of rectangular plate in mm;  
 $d$  is the thickness of rectangular plate in mm.

Strain  $\varepsilon$  (%) of the outer surface of the round test specimen at midspan at any deflection  $f_x$ :

$$\varepsilon = \frac{600 \cdot f_x \cdot D}{L^2} \quad (7-3.1.1)$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $D$  is the diameter of round rod in mm.

Inion Oy

Standard Test Method  
Three-point Bending Test

Page 9 of 11

Strain  $\varepsilon$  (3,5 %) of the outer layer of the round test specimen at deflection  $fx$ :

$$\begin{cases} fx = n \cdot D \\ n = \frac{3,5}{600} \cdot \left(\frac{L}{D}\right)^2 \end{cases} \quad (7-3.1.2)$$

Where  $L$  is support separation in mm; $D$  is the diameter of round rod in mm; $n$  is the multiplier of diameter of round rod, which determines the deflection $fx = n \cdot D$ , when the strain of the outer layer is 3,5%.Strain  $\varepsilon$  (%) of the outer layer of the rectangular test specimen at midspan at any deflection  $fx$ :

$$\varepsilon = \frac{600 \cdot fx \cdot d}{L^2} \quad (7-3.2.1)$$

Where  $L$  is support separation in mm; $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm.Strain  $\varepsilon$  (3,5 %) of the outer layer of the rectangular test specimen at deflection  $fx$ :

$$\begin{cases} fx = n \cdot d \\ n = \frac{3,5}{600} \cdot \left(\frac{L}{d}\right)^2 \end{cases} \quad (7-3.2.2)$$

Where  $L$  is support separation in mm; $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm; $n$  is the multiplier of thickness of rectangular plate, which determines thedeflection  $fx = n \cdot d$ , when the strain of the outer layer is 3,5%.Max bending stress  $\sigma_f$  of round specimen can be calculated using formula (7-4.1)

$$\sigma_f = \frac{8 \cdot F_{max} \cdot L}{\pi D^3} \quad (7-4.1)$$

Where  $F_{max}$  is the maximum bending load in N; $L$  is support separation in mm; $D$  is the diameter of round rod in mm.



Max bending stress  $\sigma_f$  of rectangular specimen can be calculated using formula (7-4.2)

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F_{max} \cdot L}{2bd^2} \quad (7-4.2)$$

Where  $F_{max}$  is the maximum bending load in N;  
 $L$  is support separation in mm;  
 $b$  is the width of rectangular plate in mm;  
 $d$  is the thickness of rectangular plate in mm.

## 8 Reporting and saving the results

### 8.1 Report the following information:

- 8.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form, principal dimensions, and previous history,
- 8.1.2 Specific test method used: M250 or M251,
- 8.1.3 Direction of cutting and loading specimen, when appropriate,
- 8.1.4 Conditioning procedure,
- 8.1.5 All dimensions of specimen,
- 8.1.6 Support separation length,
- 8.1.7 Support separation ratio if different than 16:1,
- 8.1.8 Calculate the multiplier  $n$  in equations (7-3.1.2 and 7-3.2.2) if support separation is different than 16:1.
- 8.1.9 Radius of supports and loading noses if different than 5 mm. When support and and/or loading nose radii other than 5 mm used, the results shall be identified as being generated by a modified version of this test method and referring specification referenced as to the geometry used.
- 8.1.10 Rate of crosshead motion,
- 8.1.11 Load-deflection curve i.e. deflection at any given load,

Inion Oy

Standard Test Method  
Three-point Bending Test

Page 11 of 11

- 8.1.12 If specimen is rejected, reason(s) for rejection,
- 8.1.13 Deflection at maximum load in mm, average value and standard deviation,
- 8.1.14  $R_{p\ x}$ : The yield load at 3,5% average value, standard deviation strain,
- 8.1.15 Stress at any given strain up to and including 3,5 % (if desired), with strain used, average value and standard deviation,
- 8.1.16 Max bending stress, average value and standard deviation in MPa,
- 8.1.17 Young's modulus in bending, average value and standard deviation,
- 8.1.18 Bending stress at break (if desired), average value and standard deviation,
- 8.1.19 Type of behavior, whether yielding or rupture, or both, or other observations, occurring within the 5 % strain limit,
- 8.1.20 Load limits for determination of stiffness in N,
- 8.1.21 Stiffness in N/mm average value, standard deviation, and
- 8.1.22 Date of specific version of test used.

## APPENDIX

### 1 THREE-POINT BENDING TEST SETUP IN ZWICK MATERIAL TESTING MACHINE

#### 1.1 Procedure

The used software is testXpert V 11.0. Mechanical testing is performed using Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine.

The procedure of mechanical testing can be found from Zwick:

V-drive → Laboratory → Templates → Zwick R&D\_pohjat → 3-point bending

When opening the procedure from Zwick, a new window opens (see figure 1).

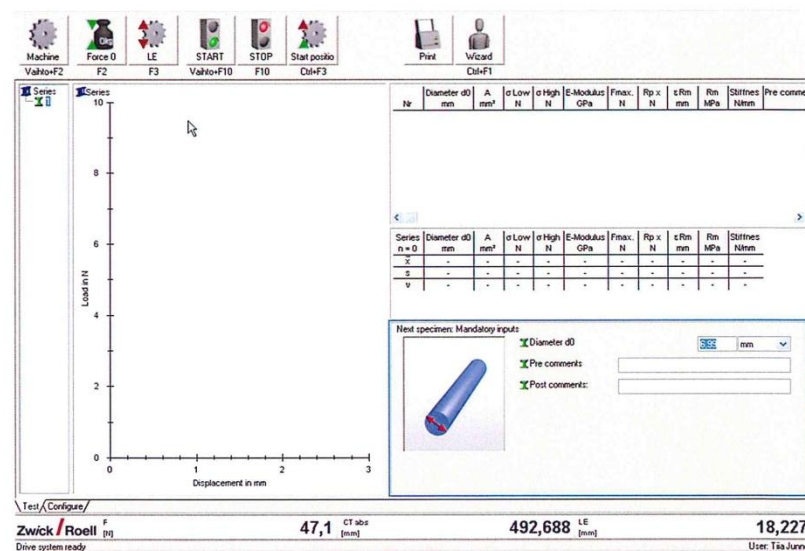


Figure 1. Zwick opening window

Wizard-button opens a new window, where you can set the needed parameters for the test experiment (see figure 2).

Overview:

- Verification ✓
- Result selection
- Tolerances
- Test definition
- Specimen data
- Pre-load
- E-Modulus
- Yield and proof stress
- Test / test end
- Break investigation
- LE Positions
- Actions after test
- Test data memory
- Parameters for protocol ✓
- Gradient

These parameters appear in the standard protocol

testXpert

- 1 Responsible company: Irion Oy
- 1 Orderer: Timo Pohjonen
- 1 Testing date: 29.1.2013
- 1 Tester / operator: Tiia Junno
- 1 Sample: Round specimen, D 7 mm
- 1 Internal test standard: M250/M251
- 1 International test standard: ISO 178:2001, ASTM D790M-10
- 1 Load cell: 10 kN
- 1 Specimen grips: Bx070220-317, Bx070220-315

< Back   Next >   Close   Help

Figure 2. Parameters for protocol

Parameters needed to fill to the protocol of procedure:

- Responsible company
- Orderer
- Testing date
- Tester/operator
- Sample
- (- Sample type)
- (- Sterilization Lot Number)
- (- Material)
- Internal test standard
- International test standard
- Load cell
- Specimen grips
- Support separation
- Test speed
- Testing temperature
- File name
- Remarks, if needed

### 1.2 Note

Used radii and length of support separation in three-point bending of rectangular plate were performed deviating from the standard. The radius of the supports and the loading nose were 1 mm and support separation 60 mm.

### 1.3 Verification of the Test Method

To ensure that the testXpert software uses correct parameters and formulas to calculate the test results of round billet and rectangular plate, five test specimens were tested according to the procedure of both types of billets. Test specimens were  $\varnothing 7,0$  mm round reinforced polylactide rods and 3,1 mm thick rectangular plates of the same material. Rectangular plates were produced by compression moulding of  $\varnothing 7,0$  mm round reinforced polylactide rods. Test parameters and results are shown in the test report on the following pages.

### 1.3.1 Three-point bending results of round rod using testXpert software



**Standard Test Method**  
**Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced**  
**Biodegradable Implants**

**Three Point Bending**

**M250 and M251**

**Parameter table:**

Responsible company : Inion Oy  
 Orderer : Timo Pohjonen  
 Testing date : 29.1.2013  
 Tester / operator : Tiia Junno  
 Sample : Round specimen, D 7 mm  
 Sterilization Lot number : -  
 Material : -  
 Shelf life follow up time : -  
 In-vitro follow up time : -  
 Internal test standard : M250/M251  
 International test standard: ISO 178:2001, ASTM D790M-10  
 Load cell : 10 kN  
 Specimen grips : BX070220-317, BX070220-315  
 Machine data : 20TH2A WN:145422  
 Crosshead travel monitor WN:145422  
 Load cell ID:0 WN:145423 10 kN  
 Support separation : 112 mm  
 Test speed : 5 mm/min  
 Testing temperature (°C) : 23,0  
 File name : 3-point bending, standard test method  
 Remarks :

**Results:**

Nr	Diameter d0 mm	A mm <sup>2</sup>	σ Low N	σ High N	E-Modulus GPa	Rp x N	Fmax. N	ε Rm mm	Rm MPa	Stiffnes N/mm
1	6,99	38,37	40,00	78,00	4,95	173,46	178,08	12,32	148,71	19,81
2	6,99	38,37	40,00	78,00	5,33	181,15	185,72	12,28	155,09	21,33
3	6,99	38,37	40,00	78,00	4,99	172,86	176,77	12,03	147,61	19,99
4	6,99	38,37	40,00	78,00	5,26	179,46	184,91	12,68	154,41	21,06
5	6,99	38,37	40,00	78,00	4,99	173,58	178,01	12,11	148,65	19,98



**Standard Test Method**  
**Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Biodegradable Implants**

**Three Point Bending**

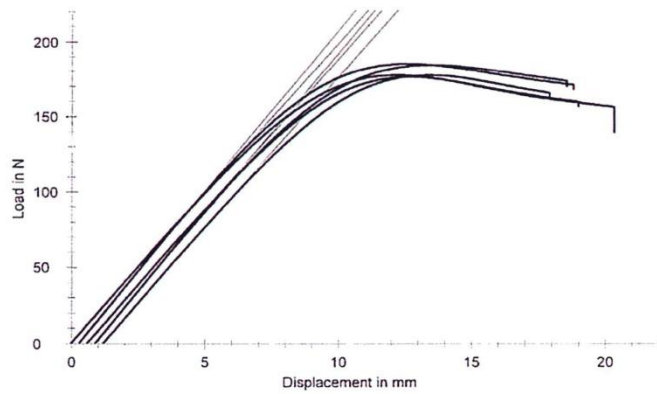
M250 and M251

**Statistics:**

Series	Diameter d0	A	$\sigma$ Low	$\sigma$ High	E-Modulus	Stiffnes	Rp x	Fmax.	$\epsilon$ Rm	Rm
n = 5	mm	mm <sup>2</sup>	N	N	GPa	N/mm	N	N	mm	MPa
x	6,99	38,37	40,00	78,00	5,10	20,43	176,10	180,70	12,29	150,90
s	0,00	0,000	0,00	0,00	0,18	0,70	3,89	4,26	0,25	3,56

Series	$\epsilon$ Break	$\epsilon$ Fmax
n = 5	mm	mm
x	-	12,25
s	-	0,25

**Series graphics:**



### 1.3.2 Manual calculation of three-point bending results of round rod

To ensure that the calculations of the parameters of round specimen, which the computer calculates according to set formulas in testXpert, are correct, it is needed to check them by calculating the results manually. Manually calculated results of round specimen no.1 are presented below.

Stiffness ( $k$ ) can be calculated using formula (7-1)

$$k = \frac{(F2-F1)}{(f2-f1)} \quad (7-1)$$

$$k = \frac{(100,003 - 49,984)N}{(5,032 - 2,471)mm}$$

$$\underline{k = 19,531 \text{ N/mm}}$$

Where  $F1$  is 50 N bending load;

$F2$  is 100 N bending load;

$f1$  is the deflection at midspan in mm at 50 N load

$f2$  is the deflection at midspan in mm at 100 N load.

Deflection points are obtained from the load-deflection curve.

Young's modulus ( $E$ ) can be calculated using formula (7-2)

$$E = \frac{k \cdot L^3}{48I} \quad (7-2)$$

$$E = \frac{19,531 \text{ mm} \cdot (112 \text{ mm})^3}{48 I}$$

$$E = \frac{19,531 \text{ mm} \cdot (112 \text{ mm})^3}{48 \cdot \left( \pi \cdot \frac{(6,99 \text{ mm})^4}{64} \right)}$$

$$\underline{E = 4878,200 \text{ N/mm}^2 = 4,88 \text{ GPa}}$$

Where  $L$  is support separation in mm;

$I = \pi D^4/64$  is moment of inertia for round specimen in  $\text{mm}^4$ ;

$D$  is the diameter of round rod in mm.



Strain  $\varepsilon$  (%) of the outer surface of the round test specimen at midspan at any deflection  $f_x$ :

$$\varepsilon = \frac{600 \cdot f_x \cdot D}{L^2} \quad (7-3.1.1)$$

$$\varepsilon = \frac{600 \cdot 1,5 \cdot 6,99 \text{ mm} \cdot 6,99 \text{ mm}}{(112 \text{ mm})^2}$$

$$\varepsilon = 3,5\%$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $D$  is the diameter of round rod in mm.

Max bending stress  $\sigma_f$  of round specimen can be calculated using formula (7-4.1)

$$\sigma_f = \frac{8 \cdot F_{max} \cdot L}{\pi \cdot D^3} \quad (7-4.1)$$

$$\sigma_f = \frac{8 \cdot 178,08 \text{ N} \cdot 112 \text{ mm}}{\pi \cdot (6,99 \text{ mm})^3}$$

$$\sigma_f = 148,711 \text{ N/mm}^2 = 148,71 \text{ MPa}$$

Where  $F_{max}$  is the max bending load in N;  
 $L$  is support separation in mm;  
 $D$  is the diameter of round rod in mm.

### 1.3.3 Comparison of three-point bending results of round rod

Results from testXpert and manually calculated results are shown in the table below (see table 1).

	Results from testXpert	Manually calculated results
Stiffness (k), N/mm	19,81	19,53
Young's modulus (E), Gpa	4,95	4,88
Max bending stress ( $\sigma_f$ ), Mpa	148,71	148,71

Table 1. Three-point bending test values of round rod

### 1.3.4 Three-point bending results of rectangular plate using testXpert software



**Standard Test Method**  
**Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced**  
**Biodegradable Implants**

**Three Point Bending**

**M250 and M251**

**Parameter table:**

Responsible company : Inion Oy  
 Orderer : Timo Pohjonen  
 Testing date : 21.2.2013  
 Tester / operator : Tiia Junno  
 Sample : Rectangular specimen, thickness 3,1 mm  
 Sterilization Lot number : -  
 Material : -  
 Shelf life follow up time : -  
 In-vitro follow up time : -  
 Internal test standard : M250/M251  
 International test standard : ISO 178:2001, ASTM D790M-10  
 Load cell : 10 kN  
 Specimen grips : BX070220-317, BX070220-315  
 Machine data : 20TH2A WN:145422  
 Crosshead travel monitor WN:145422  
 Load cell ID:0 WN:145423 10 kN  
 Support separation : 60 mm  
 Test speed : 5 mm/min  
 Testing temperature (°C) : 22,0  
 File name : 3-point bending, standard test method  
 Remarks :

**Results:**

Nr	Specimen thickness a0 mm	Specimen width b0 mm	A mm <sup>2</sup>	σ Low N	σ High N	E-Modulus GPa	Rp x N	Fmax. N
1	3,11	12,90	40,12	25,00	60,00	4,36	132,04	160,62
2	3,12	12,87	40,15	25,00	60,00	4,29	131,10	159,38
3	3,14	13,04	40,95	25,00	60,00	4,14	129,74	158,85
4	3,10	13,37	41,45	25,00	60,00	4,36	133,85	159,54
5	3,11	12,82	39,87	25,00	60,00	4,27	126,97	154,94

Nr	ε Rm mm	Rm MPa	Stiffnes N/mm
1	8,12	115,86	31,31
2	8,09	114,50	31,09
3	8,17	111,20	30,92
4	7,89	111,75	32,17
5	8,30	112,46	30,47



**Standard Test Method**  
**Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced**  
**Biodegradable Implants**

**Three Point Bending**

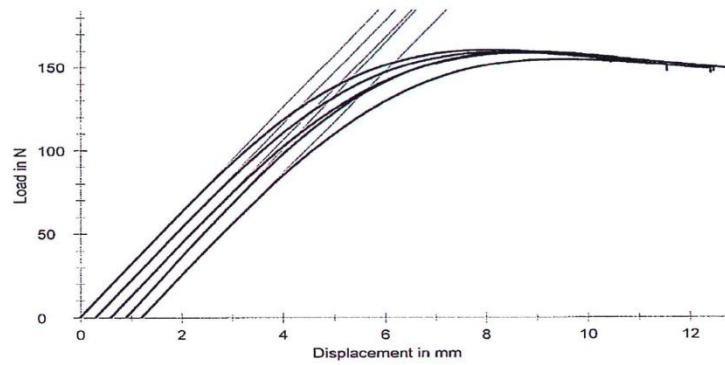
**M250 and M251**

**Statistics:**

Series	Specimen thickness a0	Specimen width b0	A	σ Low	σ High	E-Modulus	Stiffnes
n = 5	mm	mm	mm <sup>2</sup>	N	N	GPa	N/mm
x	3,12	13,00	40,51	25,00	60,00	4,28	31,19
s	0,02	0,22	0,66	0,00	0,00	0,09	0,63

Series	Rp x	Fmax.	ε Rm	Rm	ε Break	ε Fmax
n = 5	N	N	mm	MPa	mm	mm
x	130,74	158,67	8,11	113,15	-	8,08
s	2,59	2,18	0,15	1,96	-	0,15

**Series graphics:**



### 1.3.5 Manual calculation of three-point bending results of rectangular plate

To ensure that the calculations of the parameters of rectangular plate, which the computer calculates according to set formulas in testXpert, are correct, it is needed to check them by calculating the results manually. Manually calculated results for rectangular specimen no.1 are presented below.

Stiffness ( $k$ ) can be calculated using formula (7-1)

$$k = \frac{(F_2 - F_1)}{(f_2 - f_1)} \quad (7-1)$$

$$k = \frac{(59,983 - 24,991)N}{(1,885 - 0,768)mm}$$

$$\underline{k = 31,327 \text{ N/mm}}$$

Where  $F_1$  is 25 N bending load;

$F_2$  is 60 N bending load;

$f_1$  is the deflection at midspan in mm at 25 N load;

$f_2$  is the deflection at midspan in mm at 60 N load.

Deflection points are obtained from the load-deflection curve.

Young's modulus ( $E$ ) can be calculated using formula (7-2)

$$E = \frac{k \cdot L^3}{48I} \quad (7-2)$$

$$E = \frac{31,327 \frac{\text{N}}{\text{mm}} \cdot (60 \text{ mm})^3}{48 \cdot \frac{12,90 \text{ mm} \cdot (3,11 \text{ mm})^3}{12}}$$

$$\underline{E = 4359,550 \text{ N/mm}^2 = 4,36 \text{ GPa}}$$

Where  $L$  is support separation in mm;

$I = bd^3/12$  is moment of inertia for rectangular specimen in  $\text{mm}^4$ ;

$b$  is the width of rectangular plate in mm;

$d$  is the thickness of rectangular plate in mm.

As the three-point bending radii and the length of support separation of rectangular plate were performed deviating from the standard, the multiplier  $n$  of  $f_x$  must be calculated to be able to determine the deflection  $f_x = n \cdot d$ , when the strain of the outer layer is 3,5%.

$$f_x = n \cdot d = \frac{3,5 \cdot L^2}{600 \cdot d} \quad (7-3.1.2)$$

$$n \cdot 3,11 \text{ mm} = \frac{3,5 \cdot (60 \text{ mm})^2}{600 \cdot 3,11 \text{ mm}}$$

$$\underline{n = 2,17}$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm.

Strain  $\varepsilon$  (3,5 %) of the outer layer of the rectangular test specimen at deflection  $f_x$ :

$$\varepsilon = \frac{600 \cdot f_x \cdot d}{L^2} \quad (7-3.2.1)$$

$$\varepsilon = \frac{600 \cdot 2,17 \cdot 3,11 \text{ mm} \cdot 3,11 \text{ mm}}{(60 \text{ mm})^2}$$

$$\underline{\varepsilon = 3,5\%}$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm.

Max bending stress  $\sigma_f$  of rectangular specimen can be calculated using formula (7-4.2)

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot F_{max} \cdot L}{2bd^2} \quad (7-4.2)$$

$$\sigma_f = \frac{3 \cdot 160,62 \text{ N} \cdot 60 \text{ mm}}{2 \cdot 12,90 \text{ mm} \cdot (3,11 \text{ mm})^2}$$

$$\underline{\sigma_f = 115,859 \text{ N/mm}^2 = 115,86 \text{ MPa}}$$

Where  $F_{\max}$  is the maximum bending load in N;  
 $L$  is support separation in mm;  
 $b$  is the width of rectangular plate in mm;  
 $d$  is the thickness of rectangular plate in mm.

### 1.3.6 Comparison of three-point bending results of rectangular plate

Results from testXpert and manually calculated results are shown in the table below (see table 2).

	Results from testXpert	Manually calculated results
Stiffness (k), N/mm	31,31	31,33
Young's modulus (E), Gpa	4,36	4,36
Max bending stress ( $\sigma_f$ ), Mpa	115,86	115,86

Table 2. Three-point bending test values of rectangular plate

### 1.4 Conclusion

Formulas and used parameters of the round rod and rectangular plate of testXpert are verified to be correct as the results of manually calculated results and results from testXpert can be said to be equal.

## Liite 2. 4-point bending test

1 (25)

---

**Standard Test Method****Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced  
Biodegradable Implants****Four-point Bending Test****Methods M270 and M271**

---

**Testing Laboratory:** Inion Oy  
Lääkärintäti 2  
FIN-33520 Tampere  
Tel. +358-3-230 6600  
Fax. +358-3-230 6601

Inion Oy

Standard Test Method  
Four-point Bending Test

Page 2 of 12

**Table of contents:**

1	Scope .....	3
2	Definitions .....	3
3	List of Standards .....	4
4	Significance .....	4
5	Procedure .....	4
6	Apparatus .....	8
7	Calculation .....	9
8	Reporting and saving the results.....	11



## 1 Scope

This test method covers the determination of flexural properties of unreinforced and reinforced biodegradable polymers in the form of round solid rods and rectangular solid plates. This test method is generally applicable to rigid and semirigid materials. This test method utilizes a four-point loading system applied to a simply supported beam.

## 2 Definitions

For the purposes of this standard, the following definitions apply.

Maximum bending stress  $\sigma_f$ : The flexural stress developed when the force reaches a maximum. It is calculated according to the equation (7-4). It is expressed in megapascals, MPa.

Deflection  $f$ : The distance over which the top or bottom surface of the test specimen at mid-span has deviated during flexure from its original position. It is expressed in millimeters, mm.

Deflection at the maximum flexural stress: The deflection is developed when the force reaches a maximum. It is expressed in millimeters, mm.

Slope: Slope of a load-deflection curve equals stiffness ( $k$ ). Stiffness is a measure of the amount of deflection that a load causes in a test specimen. Stiffness is calculated according to the equation (7-1). Stiffness is expressed in Newton per millimeter, N/mm.

Load: A measure of the applied load to a test specimen. It is expressed in Newtons, N.

Young's modulus ( $E$ ): A measure of stiffness of an elastic material and is a quantity used to characterize materials. It is calculated according to the equation (7-2). It is expressed in megapascals, MPa.

Strain: Strain in the surface of the specimen in percent, %.

Rp x: The yield load at 3,5 % strain in the outer surface of the test specimen. It is determined at deflection value of 1,5 x (diameter of solid rod or the thickness of rectangular solid plate test specimen). Rp x is expressed in Newtons, N. Respective yield stress in MPa at 3,5% strain can be calculated using equations (7-4.1 and 7-4-2).

Inion Oy

Standard Test Method  
Four-point Bending Test

Page 4 of 12

Note 3,5% strain in the outer surface occurs at a foresaid deflection value if support separation is 16 times diameter of solid round rod or the thickness of solid rectangular plate test specimen. If support separation is different than 16:1, calculate multiplier  $n$  in  $fx = n \cdot d$  using equations (7-3.1.2 and 7-3.2.2).

### 3 List of Standards

Standard	Description
ASTM D6272-02	Standard Test Method for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials
ISO 178:2001	Plastics – Determination of Flexural Properties
ISO 13781:1997	Poly(L-lactide) resins and fabricated forms for surgical implants – In vitro degradation testing
ISO 15814:1999	Implants for surgery – Copolymers and blends based on polylactide – In vitro degradation testing

Table 1. List of standards

### 4 Significance

This method may provide data for quality control, for acceptance or rejection in accordance with the terms of specifications and for research and development.

Flexural properties may vary with specimen depth, temperature, atmospheric conditions, and the difference in rate of straining.

### 5 Procedure

Four-point bending test is carried out to determine the flexural strength properties of the specimens following the guidelines of the standards ISO 178:2001 and ASTM D6272-02.

Below is listed on the table (see table 2) the biodegradable implants that this standard applies.

Internal Standard	Type	Temperature
M270	Billet	RT
M271	Billet	37 °C

Table 2. Internal standard of four-point bending of Inion Oy biodegradable implants

According to Internal standard M270 the test specimen is kept in ambient room temperature before testing. Test follows the guidelines ISO 13781:1997 and ISO 15814:1999. Testing is performed in dry conditions at RT.

According to Internal standard M271 the test specimen is kept in phosphate buffer solution at 37°C for 24 hours before testing, following the guidelines ISO 13781:1997 and ISO 15814:1999. Testing is performed in water at 37°C.

Determine the actual dimensions of each round test specimen and width and depth of each rectangular specimen. Preferable test five test specimens, deviations of this can be accepted when separately explained. Use an untested specimen for each measurement. Set the test specimen to rest on two supports and load it with two points (by means of two loading noses). Align the loading noses and supports so that the axes of the cylindrical surfaces are parallel, each an equal distance from the adjacent support point. The distance between loading noses (the load span) is either one third or one half of the support separation. This parallelism may be checked by means of a plate containing parallel grooves into which the loading noses and supports will fit when properly aligned. Center the specimen on the supports, with the long axis of the specimen perpendicular to the loading noses and supports. A support span-to-depth ratio of 16:1 shall be used unless there is reason to suspect that a larger span-to-depth ratio may be required. The loading nose assemble shall be of the type which will not rotate.

Calculate the rate of crosshead motion as follows, and set the machine as near as possible to that calculated rate for a load span of one third of the support separation:

$$R = \frac{0,185ZL^2}{d} \quad (5-1.1)$$

For a load span of one half of the support separation:

$$R = \frac{0,167ZL^2}{d} \quad (5-1.2)$$

Inion Oy

Standard Test Method  
Four-point Bending Test

Page 6 of 12

where:

 $R$  = rate of crosshead motion in mm/min; $L$  = support separation in mm.  $L$  shall be equal to  $16 \times D$ ; $d$  = diameter of round rod in mm or thickness of rectangular plate in mm; $Z$  = rate of straining of the outer fibers in mm/mm min.  $Z$  shall be equal to 0,01.In no case shall the actual crosshead rate differ from equation (5-1 or 5-2) more than  $\pm 10$  %.

According to the equation (5-1.1), the test speed shall be  $0,427 \times D$  in mm/min. However the test speed shall be at least 5 mm/min. The support separation length shall be  $16 \times$  the diameter of the test specimen and the radius of the supports and the loading nose are 5 mm (see figure 1). Cut the billet (to length of support separation +  $2 \times$  overhanging) before testing. For flatwise tests, the depth of the specimen shall be the thickness of the material. For edgewise tests, the width of the specimen shall be the thickness of the sheet and the depth shall not exceed the width. Specimen width shall not exceed one fourth of the support separation for specimens greater than 3.2 mm in depth. Specimens 3.2 mm or less in depth shall be 12.7 mm in width. The specimen shall be long enough to allow for overhanging on each end at least 10 % of the support separation, but in no case less than 6.4 mm on each end. Overhang shall be sufficient to prevent the specimen from slipping through supports. Record the load in Newtons and corresponding deflection of the test specimen at the loading points in millimeters.

Determine the stiffness of the test specimen from the slope of the tangent to the initial straight-line portion of the load-deflection curve in N/mm (see figure 2 and equation 7-1). The modulus of elasticity (Young's modulus) in bending of the test specimen is calculated using formula (7-2). Formulas (7-3.1 and 7-3.2) determine the relationship between the strain  $\epsilon$  (%) of the outer surface of the test specimen between loading noses and the deflection  $f_x$  in millimeters. The yield load (N), the maximum bending load (N), the corresponding deflection (mm), the stiffness (N/mm) and failure mode of the rod/plate are recorded. Maximum bending stress can be calculated using formulas (7-4.1 and 7-4.2).

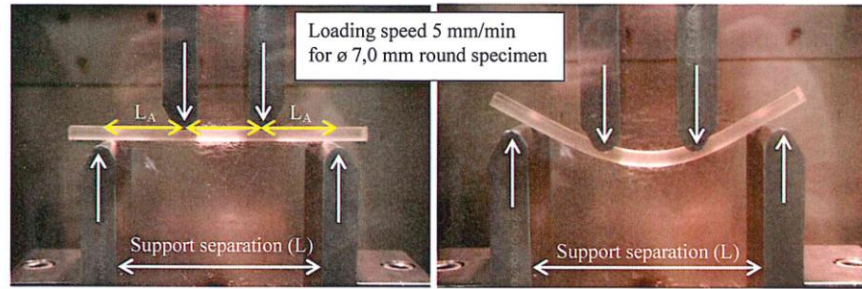


Figure 1. Four-point bending test of round test specimen, one third of support separation

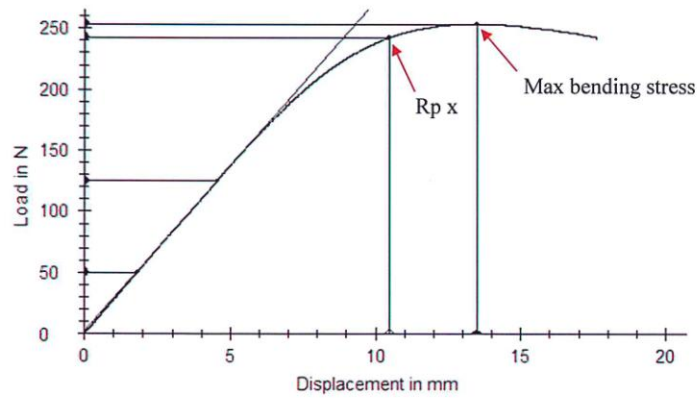


Figure 2. Load-deflection curve of four-point bending



## 6 Apparatus

**Testing Machine** - Mechanical testing is performed using Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine with 10 kN load cell. Manufacturer is Zwick GmbH & Co /Ulm, Germany. Laboratory has also another material testing machine, Zwick/Roell BZ005/TN2A 5 kN. Material testing machines are calibrated. The testing equipment is summarized below (see table 3).

Equipment	Method/use
Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine: 10 kN load cell, measuring range 20-10 000 N in class 1	
Jig. Number: BX070220-317/315 (R5) BX070220-316/314 (R2) 100065 and 100000 (R1)	Mechanical testing, see jig register for more information

Table 3. The testing equipment

**Loading Noses and Supports** – The loading noses and supports shall have cylindrical surfaces. The default radii of the loading nose and supports shall be  $5.0 \pm 0.1$  mm unless otherwise specified or agreed upon between interested parties. When other than default loading noses and supports are used, in order to avoid excessive indentation, or failure due to stress concentration directly under the loading nose, they must comply with the following requirements: The minimum radius of 3,2 mm for all specimens. For specimens 3,2 mm or greater depth, the radius of the support may be up to 1.6 times the rectangular specimen depth and up to 1.6 times the round specimen diameter. The arc of the loading nose in contact with the specimen shall be sufficiently large to prevent contact of the specimen with the sides of the nose. The maximum radius of the loading nose shall no more than four times the specimen depth.

**Slide Caliper** – Suitable slide calipers for measuring the dimensions of test specimen and for measuring the support separation, to an incremental discrimination of  $\pm 0,05$ - $0,03$  mm or better should be used. Inion's calibrated digital slide calipers have electronic digital display with 0,01 mm resolution and  $\pm 0,02$  mm accuracy. Certain inaccuracy is acceptable when measuring test specimens.

## 7 Calculation

Stiffness ( $k$ ) of round and rectangular test specimen can be calculated using formula (7-1)

$$k = \frac{(F_2 - F_1)}{(f_2 - f_1)} \quad (7-1)$$

Where  $F_1$  is selected lower bending load in N;  
 $F_2$  is selected higher bending load in N;  
 $f_1$  is the deflection at loading point in mm at lower load in N;  
 $f_2$  is the deflection at loading point in mm at higher load in N.

$F_1$  and  $F_2$  are selected from the deepest straight-line portion of the load-deflection curve. The deflections  $F_1$  and  $F_2$  are obtained according to the test sample from the load-deflection curve (see figure 2).

Young's modulus ( $E$ ) can be calculated using formula (7-2)

$$E = \frac{k \cdot L_A^2 \cdot (3L - 4L_A)}{12I} \quad (7-2)$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $L_A$  is distance between loading nose and support point in mm.  $L_A = L/3$  for a load span of one third of the support separation.  $L_A = L/4$  for a load span of one half of the support separation;  
 $I = \pi D^4 / 64$  is moment of inertia for round specimen in  $\text{mm}^4$ ;  
 $D$  is the diameter of round rod in mm.  
 $I = bd^3/12$  is moment of inertia for rectangular specimen in  $\text{mm}^4$ ;  
 $b$  is the width of rectangular plate in mm;  
 $d$  is the thickness of rectangular plate in mm.

Strain  $\varepsilon$  (%) of the outer surface of the round test specimen between loading noses at any deflection  $fx$ :

$$\varepsilon = \frac{540 \cdot fx \cdot D}{L^2} \quad (7-3.1.1)$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $D$  is the diameter of round rod in mm.

Strain  $\varepsilon$  (3,5 %) of the outer layer of the round test specimen at deflection  $fx$ :

Inion Oy

Standard Test Method  
Four-point Bending Test

Page 10 of 12

$$\begin{cases} fx = n \cdot D \\ n = \frac{3,5}{540} \cdot \left(\frac{L}{D}\right)^2 \end{cases} \quad (7-3.1.2)$$

Where  $L$  is support separation in mm; $D$  is the diameter of round rod in mm; $n$  is the multiplier of diameter of round rod, which determines the deflection $fx = n \cdot D$ , when the strain of the outer layer is 3,5%.Strain  $\varepsilon$  (%) of the outer surface of the rectangular test specimen between loading noses at any deflection  $fx$ :

$$\varepsilon = \frac{540 \cdot fx \cdot d}{L^2} \quad (7-3.2.1)$$

Where  $L$  is support separation in mm; $d$  is the thickness of rectangular plate in mm.Strain  $\varepsilon$  (3,5 %) of the outer layer of the rectangular test specimen at deflection  $fx$ :

$$\begin{cases} fx = n \cdot d \\ n = \frac{3,5}{540} \cdot \left(\frac{L}{Dd}\right)^2 \end{cases} \quad (7-3.2.2)$$

Where  $L$  is support separation in mm; $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm; $n$  is the multiplier of diameter of rectangular plate, which determines the deflection  $fx = n \cdot d$ , when the strain of the outer layer is 3,5%.Max bending stress  $\sigma_f$  of round specimen can be calculated using formula (7-4.1)

$$\sigma_f = \frac{16 \cdot F_{\max} \cdot L}{3\pi D^3} \quad (7-4.1)$$

Where  $F_{\max}$  is the maximum bending load in N;



Inion Oy

Standard Test Method  
Four-point Bending Test

Page 11 of 12

$L$  is support separation in mm;  
 $D$  is the diameter of round rod in mm.

Max bending stress  $\sigma_f$  of rectangular specimen can be calculated using formula (7-4.2)

$$\sigma_f = \frac{F_{max} \cdot L}{bd^2} \quad (7-4.2)$$

Where  $F_{max}$  is the maximum bending load in N;  
 $L$  is support separation in mm;  
 $b$  is the width of rectangular plate in mm;  
 $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm.

## 8 Reporting and saving the results

### 8.1 Report the following information:

- 8.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form, principal dimensions, and previous history,
- 8.1.2 Specific test method used: M270 or M271,
- 8.1.3 Direction of cutting and loading specimens including machining or other alterations that result in asymmetrical specimen preparation.
- 8.1.4 Conditioning procedure,
- 8.1.5 All dimensions of specimen,
- 8.1.6 Load span length,
- 8.1.7 Support separation length,
- 8.1.8 Support separation ratio if different than 16:1,
- 8.1.9 Calculate the multiplier  $n$  in equations (7-3.1.2 and 7-3.2.2) if support separation is different than 16:1.
- 8.1.10 Radius of the supports and loading noses if different than 5 mm. When support and/or loading nose radii other than 5 mm used, the results shall be identified

Inion Oy

Standard Test Method  
Four-point Bending Test

Page 12 of 12

as being generated by a modified version of this test method and referring specification referenced as to the geometry used.

- 8.1.11 Rate of crosshead motion,
- 8.1.12 Load-deflection curve i.e. deflection at any given load,
- 8.1.13 If specimen is rejected, reason(s) for rejection,
- 8.1.14 Deflection at maximum load in mm, average value and standard deviation,
- 8.1.15  $R_{p\ 0.2}$ : The yield load at 0.2% average value, standard deviation strain,
- 8.1.16 Stress at any given strain up to and including 5 % (if desired), with strain used, average value and standard deviation,
- 8.1.17 Max bending stress, average value and standard deviation in MPa,
- 8.1.18 Young's modulus in bending, average value and standard deviation,
- 8.1.19 Bending stress at break (if desired), average value and standard deviation,
- 8.1.20 Type of behavior, whether yielding or rupture, or both, or other observations, occurring within the 5 % strain limit,
- 8.1.21 Load limits for determination of stiffness in N,
- 8.1.22 Stiffness in N/mm average value, standard deviation, and
- 8.1.23 Date of specific version of test used.

## APPENDIX

## 1 FOUR-POINT BENDING TEST SETUP IN ZWICK MATERIAL TESTING MACHINE

## 1.1 Procedure

The used software is textXpert V 11.0. Mechanical testing is performed using Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine.

The procedure of mechanical testing can be found from Zwick:

V-drive → Laboratory → Templates → Zwick R&D\_pohjat → 4-point bending

When opening the procedure from Zwick, a new window opens (see figure 1).

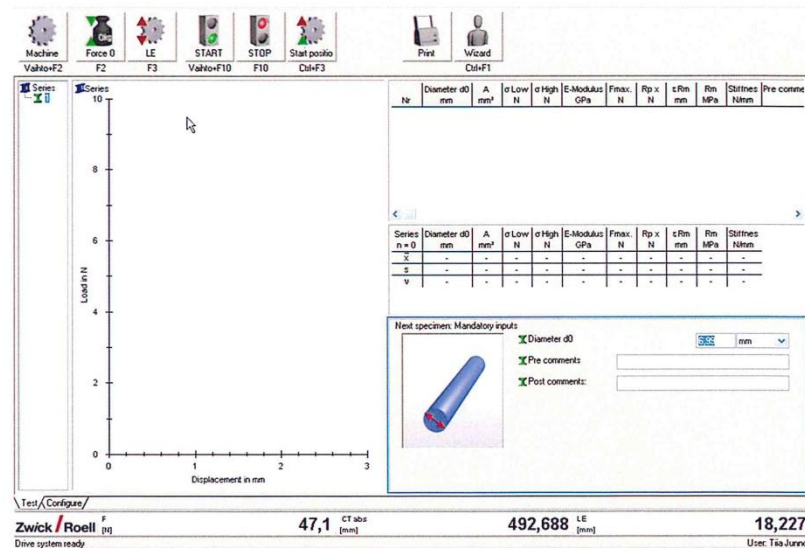


Figure 1. Zwick opening window

Wizard-button opens a new window, where you can set needed parameters for the test experiment (see figure 2).

Overview:

- Verification ✓
- Result selection
- Tolerances
- Test definition
- Specimen data
- Pre-load
- E-Modulus
- Yield and proof stress
- Test / test end
- Break investigation
- LE Positions
- Actions after test
- Test data memory
- Parameters for protocol ✓
- Gradient

These parameters appear in the standard protocol

testXpert

- Responsible company: Irion Oy
- Orderer: Timo Pohjonen
- Testing date: 13.2.2013
- Tester / operator: Tiia Junno
- Sample: Round specimen, D 7 mm
- Internal test standard: M270/M271
- International test standard: ISO 178:2001, ASTM D6272-02
- Load cell: 10 kN
- Specimen grips: Bx070220-317, Bx070220-315

< Back   Next >   Close   Help

Figure 2. Parameters for protocol

Parameters needed to fill to the protocol of procedure:

- Responsible company
- Orderer
- Testing date
- Tester/operator
- Sample
- (- Sample type)
- (- Sterilization Lot Number)
- (- Material)
- Internal test standard
- International test standard
- Load cell
- Specimen grips
- Support separation
- Test speed
- Testing temperature
- File name
- Remarks, if needed

### 1.2 Note

Used radii and length of support separation in four-point bending of rectangular plate were performed deviating from the standard. The radius of the supports and the loading nose were 1 mm and support separation 60mm.

### 1.3 Verification of the Test Method

To ensure that the testXpert software uses correct parameters and formulas to calculate the test results of round rod and rectangular plate, five test specimens were tested according to the procedure of both types of billets. Test specimens were  $\varnothing 7,0$  mm round reinforced polylactide rods and 3,1 mm thick rectangular plates of the same material. Rectangular plates were produced by compression moulding of  $\varnothing 7,0$  mm round reinforced polylactide rods. Test parameters and results are shown in the test report on the following pages.

### 1.3.1 Four-point bending results of round rod using testXpert software



**Standard Test Method**  
**Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced**  
**Biodegradable Implants**

**Four-point Bending**

**M270 and M271**

#### Parameter table:

Responsible company : Inion Oy  
 Orderer : Timo Pohjonen  
 Testing date : 13.2.2013  
 Tester / operator : Tiia Junno  
 Sample : Round specimen, D 7 mm  
 Sterilization Lot number : -  
 Material : -  
 Shelf life follow up time : -  
 In-vitro follow up time : -  
 Internal test standard : M270/M271  
 International test standard : ISO 178:2001, ASTM D6272-02  
 Load cell : 10 kN  
 Specimen grips : BX070220-317, BX070220-315  
 Machine data : 20TH2A WN:145422  
 Crosshead travel monitor WN:145422  
 Load cell ID:0 WN:145423 10 kN  
 Support separation : 112 mm  
 Test speed : 5 mm/min  
 Testing temperature (°C) : 23,0  
 File name : 4-point bending standard test method  
 Remarks :

#### Results:

Nr	Diameter d0 mm	A mm <sup>2</sup>	$\sigma$ Low N	$\sigma$ High N	E-Modulus GPa	Rp x N	Fmax. N	$\epsilon$ Rm mm	Rm MPa	Stiffness N/mm
1	6,98	38,26	50,00	125,00	5,15	242,54	253,76	13,55	144,42	27,09
2	6,98	38,26	50,00	125,00	5,77	257,21	269,80	13,81	153,54	30,34
3	6,97	38,16	50,00	125,00	5,74	253,68	265,21	13,42	151,58	30,01
4	6,97	38,16	50,00	125,00	5,65	253,38	267,32	13,88	152,79	29,57
5	6,98	38,26	50,00	125,00	5,35	247,32	260,35	13,59	148,16	28,13



**Standard Test Method**  
**Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced**  
**Biodegradable Implants**

**Four-point Bending**

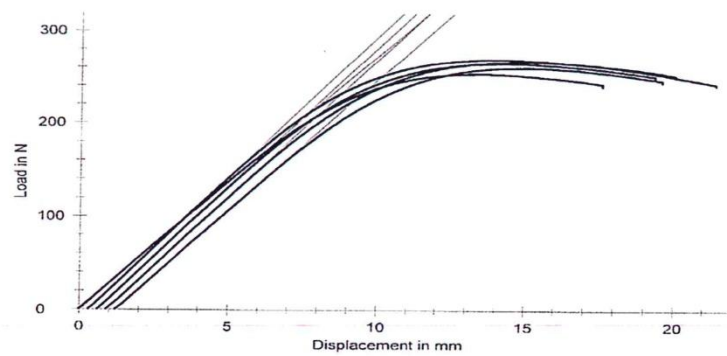
M270 and M271

**Statistics:**

Series	Diameter d0 mm	A mm <sup>2</sup>	$\sigma$ Low N	$\sigma$ High N	E-Modulus GPa	Stiffness N/mm	Rp x N	Fmax. N	$\epsilon$ Rm mm
n = 5									
x	6,98	38,22	50,00	125,00	5,53	29,03	250,83	263,29	13,65
s	0,01	0,06001	0,00	0,00	0,27	1,37	5,84	6,36	0,19

Series	Rm MPa	$\epsilon$ Fmax mm
n = 5		
x	150,10	13,66
s	3,79	0,21

**Series graphics:**





### 1.3.2 Manual calculation of four-point bending results of round rod

To ensure that the calculations of the parameters of round specimen, which the computer calculates according to set formulas in testXpert, are correct, it is needed to check them by calculating the results manually. Manually calculated results of round specimen no.1 are presented below.

Stiffness (k) can be calculated using formula (7-1)

$$k = \frac{(F_2 - F_1)}{(f_2 - f_1)} \quad (7-1)$$

$$k = \frac{(125,032 - 50,002)N}{(4,538 - 1,786)mm}$$

$$\underline{k = 27,264 \text{ N/mm}}$$

Where  $F_1$  is 50 N bending load;

$F_2$  is 125 N bending load;

$f_1$  is the deflection at loading point in mm at 50 N load

$f_2$  is the deflection at loading point in mm at 125 N load.

Deflection points are obtained from the load-deflection curve.

Young's modulus (E) can be calculated using formula (7-2)

$$E = \frac{k \cdot L_A^2 \cdot (3L - 4L_A)}{12I} \quad (7-2)$$

$$E = \frac{27,264 \frac{N}{mm} \cdot (38 \text{ mm})^2 \cdot (3 \cdot 112 \text{ mm} - 4 \cdot 38 \text{ mm})}{12 \cdot \frac{\pi \cdot (6,98 \text{ mm})^4}{64}}$$

$$\underline{E = 5180,859 \text{ N/mm}^2 = 5,18 \text{ GPa}}$$

Where  $L$  is support separation in mm;

$L_A$  is distance between loading nose and support point in mm;

$I = \pi D^4 / 64$  is moment of inertia for round specimen in  $\text{mm}^4$ ;

$D$  is the diameter of round rod in mm.



Strain  $\varepsilon$  (3,5 %) of the outer layer of the round test specimen at deflection  $fx$ :

$$fx = n \cdot D = \frac{3,5 \cdot L^2}{540 \cdot D} \quad (7-3.1.2)$$

$$n \cdot 6,98 \text{ mm} = \frac{3,5 \cdot (112 \text{ mm})^2}{540 \cdot 6,98 \text{ mm}}$$

$$\underline{n = 1,669}$$

Where  $L$  is support separation in mm;

$D$  is the diameter of the round rod in mm;

$n$  is the multiplier of diameter of round rod, which determines the deflection

$fx = n \cdot D$ , when the strain of the outer layer is 3,5%.

Strain  $\varepsilon$  (%) of the outer layer of the round test specimen at midspan at any deflection  $fx$ :

$$\varepsilon = \frac{540 \cdot fx \cdot D}{L^2} \quad (7-3.2.1)$$

$$\varepsilon = \frac{540 \cdot 1,669 \cdot 6,98 \text{ mm} \cdot 6,98 \text{ mm}}{(112 \text{ mm})^2}$$

$$\underline{\varepsilon = 3,5\%}$$

Where  $L$  is support separation in mm;

$D$  is the diameter of the round rod in mm.

Max bending stress  $\sigma_f$  of round specimen can be calculated using formula (7-4.1)

$$\sigma_f = \frac{16 \cdot F_{max} \cdot L}{3\pi D^3} \quad (7-4.1)$$

$$\sigma_f = \frac{16 \cdot 253,76 \text{ N} \cdot 112 \text{ mm}}{3 \cdot \pi \cdot (6,98 \text{ mm})^3}$$

$$\underline{\sigma_f = 141,881 \text{ N/mm}^2 = 141,88 \text{ MPa}}$$

Where  $F_{max}$  is the maximum bending load in N;  
 $L$  is support separation in mm;  
 $D$  is the diameter of round rod in mm.

### 1.3.3 Comparison of four-point bending results of round rod

Results from testXpert and manually calculated results are shown in the table below (see table 2).

	Results from testXpert	Manually calculated results
Stiffness (k), N/mm	27,09	27,26
Young's modulus (E), GPa	5,15	5,18
Max bending stress ( $\sigma_t$ ), Mpa	144,42	141,88

Table 2. Four-point bending test values of round rod





Standard Test Method  
Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced  
Biodegradable Implants

Four-point Bending

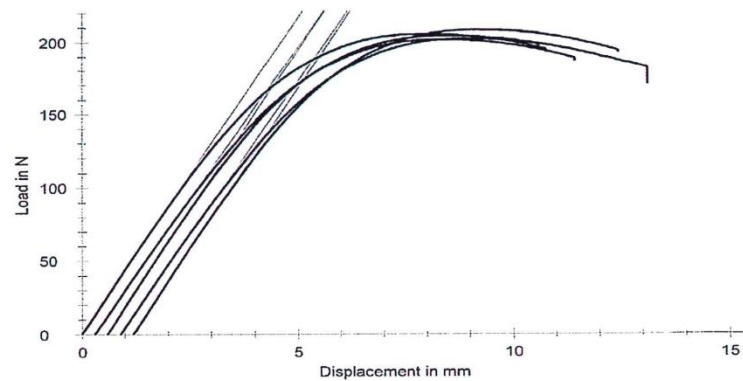
M270 and M271

Statistics:

Series	Specimen width b0	Specimen thickness a0	A	$\sigma$ Low	$\sigma$ High	E-Modulus	Stiffness
n = 5	mm	mm	mm <sup>2</sup>	N	N	GPa	N/mm
$\bar{x}$	13,13	3,15	41,39	25,00	90,00	4,18	42,90
s	0,10	0,09	1,19	0,00	0,00	0,27	1,12

Series	Rp x	Fmax.	$\epsilon$ Rm	Rm	$\epsilon$ Fmax
n = 5	N	N	mm	MPa	mm
$\bar{x}$	173,55	204,65	7,92	94,24	7,90
s	3,26	2,72	0,12	3,99	0,12

Series graphics:



### 1.3.5 Manual calculation of four-point bending results of rectangular plate

To ensure that the calculations of the parameters of rectangular plate, which the computer calculates according to set formulas in testXpert, are correct, it is needed to check them by calculating the results manually. Manually calculated results for rectangular specimen no.1 are presented below.

Stiffness (k) can be calculated using formula (7-1)

$$k = \frac{(F_2 - F_1)}{(f_2 - f_1)} \quad (7-1)$$

$$k = \frac{(89,983 - 25,027)N}{(2,075 - 0,570)mm}$$

$$\underline{k = 43,160 \text{ N/mm}}$$

Where  $F_1$  is 25 N bending load;

$F_2$  is 90 N bending load;

$f_1$  is the deflection at midspan in mm at 25 N load

$f_2$  is the deflection at midspan in mm at 90 N load.

Deflection points are obtained from the load-deflection curve.

Young's modulus (E) can be calculated using formula (7-2)

$$E = \frac{k \cdot L_A^2 \cdot (3L - 4L_A)}{12I} \quad (7-2)$$

$$E = \frac{43,160 \frac{N}{mm} \cdot (20mm)^2 \cdot (3 \cdot 60mm - 4 \cdot 20mm)}{12 \cdot \frac{13,23mm \cdot (3,13mm)^3}{12}}$$

$$\underline{E = 4255,480 \text{ N/mm}^2 = 4,26 \text{ GPa}}$$

Where  $L$  is support separation in mm;

$L_A$  is distance between loading nose and support point in mm.  $L_A = L/3$  for a load span of one third of the support separation.  $L_A = L/4$  for a load span of one half of the support separation.

$I = bd^3/12$  is moment of inertia for rectangular specimen in  $mm^4$ ;

$b$  is the width of rectangular plate in mm;

$d$  is the thickness of rectangular plate in mm.

As the four-point bending radii and the length of support separation of rectangular plate were performed deviating from the standard, the multiplier  $n$  of  $f_x$  must be calculated to be able to determine the deflection  $f_x = n \cdot d$ , when the strain of the outer layer is 3,5%.

$$f_x = n \cdot d = \frac{3,5 \cdot L^2}{540 \cdot d} \quad (7-3.2.2)$$

$$n \cdot 3,11 \text{ mm} = \frac{3,5 \cdot (60 \text{ mm})^2}{540 \cdot 3,11 \text{ mm}}$$

$$\underline{n = 2,41}$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm.

Strain  $\varepsilon$  (3,5 %) of the outer layer of the rectangular test specimen at deflection  $f_x$ :

$$\varepsilon = \frac{540 \cdot f_x \cdot d}{L^2} \quad (7-3.2.1)$$

$$\varepsilon = \frac{540 \cdot 2,41 \cdot 3,11 \text{ mm} \cdot 3,11 \text{ mm}}{(60 \text{ mm})^2}$$

$$\underline{\varepsilon = 3,5 \%}$$

Where  $L$  is support separation in mm;  
 $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm.

Max bending stress  $\sigma_f$  of rectangular specimen can be calculated using formula (7-4.2)

$$\sigma_f = \frac{F_{max} \cdot L}{b d^2} \quad (7-4.2)$$

$$\sigma_f = \frac{205,63 \text{ N} \cdot 60 \text{ mm}}{13,23 \text{ mm} \cdot (3,13 \text{ mm})^2}$$

$$\underline{\sigma_f = 95,200 \text{ N/mm}^2 = 95,20 \text{ MPa}}$$

Where  $F_{max}$  is the maximum bending load in N;  
 $L$  is support separation in mm;  
 $b$  is the width of rectangular plate in mm;  
 $d$  is the thickness of the rectangular plate in mm.

### 1.3.6 Comparison of four-point bending results of rectangular plate

Results from testXpert and manually calculated results are shown in the table below (see table 2).

	Results from testXpert	Manually calculated results
Stiffness (k), N/mm	43,19	43,16
Young's modulus (E), Gpa	4,26	4,26
Max bending stress ( $\sigma$ ), Mpa	95,19	95,20

Table 2. Four-point bending test values of rectangular plate

### 1.4 Conclusion

Formulas and used parameters of the round rod and rectangular plate of testXpert are verified to be correct as the results of manually calculated results and results from testXpert can be said to be equal.

---

**Standard Test Method**

**Determination of Shear Strength of Unreinforced  
and Reinforced Biodegradable Implants**

**Shear Test**

**Methods M450 and M451**

---

**Testing Laboratory:** Inion Oy  
Lääkärintäti 2  
FIN-33520 Tampere  
Tel. +358-3-230 6600  
Fax. +358-3-230 6601



**Table of contents:**

1	Scope .....	3
2	Definitions .....	3
3	List of Standards .....	4
4	Significance .....	4
5	Procedure .....	4
6	Apparatus .....	7
7	Calculation .....	7
8	Reporting and saving the results .....	8

## 1 Scope

This test method covers the determination of the shear strength of unreinforced and reinforced biodegradable polymers in the form of round solid rods and rectangular solid plates. This test method is generally applicable to both rigid and semirigid materials.

## 2 Definitions

For the purposes of this standard, the following definitions apply.

**Deformation:** The distance over which the surface of the test specimen has deviated during shearing from its original position until the test specimen fractures. It is expressed in millimeters, mm.

**Deformation at the maximum shear stress:** The deformation is developed when the force reaches a maximum and the test specimen breaks. It is expressed in millimeters, mm.

**Load:** A measure of the applied load to a test specimen. It is expressed in Newtons, N.

**Maximum shear load:** The load developed when the force reaches a maximum and causes the test specimen to fracture. It is expressed in Newtons, N.

**Shear stress:** The ability of a material to resist force that the load causes. It is expressed in Newton per millimeter<sup>2</sup>, N/mm<sup>2</sup> or megapascals, MPa.

**Maximum shear strength  $\sigma$ :** The maximum shear stress of the test specimen persists before fracture. It is calculated according to the equation (7-1 and 7-2). It is expressed in Newton per millimeter<sup>2</sup>, N/mm<sup>2</sup> or megapascals, MPa.

### 3 List of Standards

Standard	Description
BS 2782: Part 3: Method 340B	Determination of shear strength of sheet material
ISO 8749-1986	Pins and grooved pins – shear test
ISO 13781:1997	Poly(L-lactide) resins and fabricated forms for surgical implants – In vitro degradation testing
ISO 15814:1999	Implants for surgery – Copolymers and blends based on polylactide – In vitro degradation testing

Table 1. List of standards

### 4 Significance

This method may provide data for quality control, for acceptance or rejection in accordance with the terms of specifications and for research and development.

Shear strength test results serve mainly to compare the relative strengths of different types of specimen or different diameters of the same type of the test specimen.

Properties of the test specimen may vary with specimen depth, temperature and atmospheric conditions.

### 5 Procedure

Shear strength test follows the guidelines of the standards BS 2782 Method 340B and ISO 8749-1986 and records the maximum load the test specimen withstands before fracture. Below is listed on the table (see table 2) the biodegradable implants that this standard applies.

Internal Standard	Type	Temperature
M450	Billet	RT
M451	Billet	37 °C

Table 2. Internal standard of shear strength test of Inion Oy biodegradable implants

According to Internal standard M450 the test specimen is kept in ambient room temperature before testing. Test follows the guidelines ISO 13781 and ISO 15814. Testing is performed in dry conditions at RT.

According to Internal standard M451 the test specimen is kept in phosphate buffer solution at 37°C for 24 hours before testing, following the guidelines ISO 13781 and ISO 15814. Testing is performed in water at 37°C.

Determine the actual dimensions of each test specimen. Preferable test five test specimens, deviations of this can be accepted when separately explained. Position the test specimen in the shear test fixture. Mount the tool assembly between the anvils of the testing machine and apply force to the test specimen by crosshead motion of the punch so that the test piece fractures between 15-45 seconds. Test specimen shall be loaded with constant speed that is sufficient to cut the test specimen in above-mentioned time in mm/min. In shear fixture, the shear testing curve shows the maximum shear load ( $F_{max}$ ) that is recorded in Newtons (N). Maximum shear strength of the test specimen can be calculated using formulas (7-1 and 7-2) depending whether the test specimen is cut one-sided or two-sided (see figures 1 and 2).

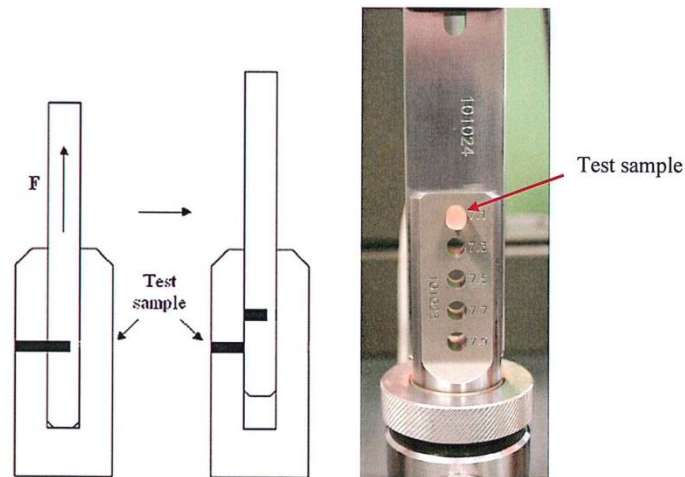


Figure 1. One-sided shear testing. The test specimen is cut into two parts i.e. one fracture surface.

Inion Oy

Standard Test Method  
Shear Test

Page 6 of 9

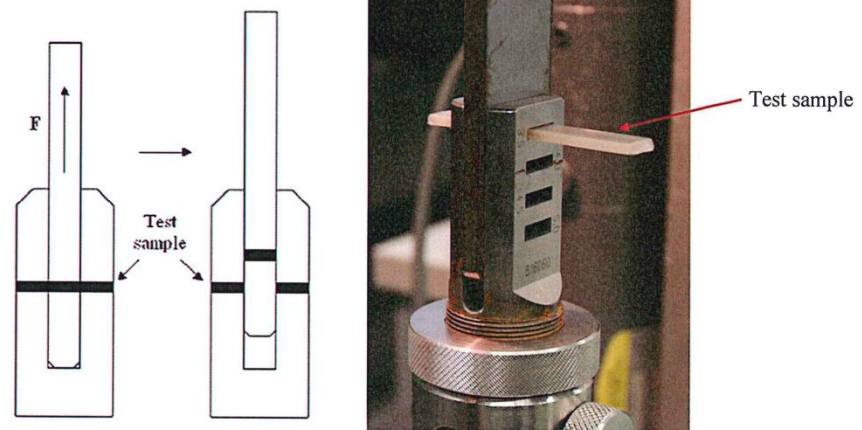


Figure 2. Two-sided shear testing. The specimen is cut into three parts i.e. two fracture surfaces.

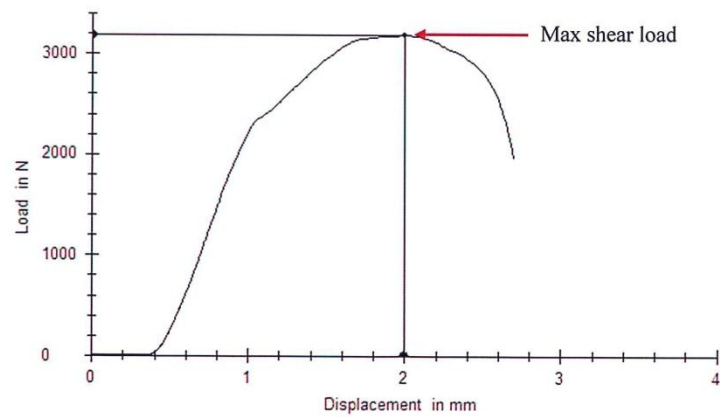


Figure 3. Shear testing curve of a copolymer rod

## 6 Apparatus

**Testing Machine** - Mechanical testing is performed using Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine with 10 kN load cell. Manufacturer is Zwick GmbH & Co /Ulm, Germany. Laboratory has also another material testing machine, Zwick/Roell BZ005/TN2A 5 kN. Material testing machines are calibrated. The testing equipment is summarized below (see table 3).

Equipment	Method/use
Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine: 10 kN load cell, measuring range 20-10 000 N in class 1	
Jig. Number: 101024 and 101023 (round specimen) B15980, B16140, B16060 (rectangular specimen)	Mechanical testing, see jig register for more information

Table 3. The testing equipment

In two-sided shear strength test the clearance between the two pieces of test block must not exceed 0,15 mm in order to maintain a straight line of shear. The shear planes must be at least one diameter of round rod or thickness of rectangular plate from the end of the test specimen, and at least two diameters/thicknesses apart. The load must not be applied at a rate of 10 mm/min.

**Slide Caliper** – Suitable slide calipers for measuring the dimensions of test specimen and for measuring the support separation, to an incremental discrimination of  $\pm 0,05$ - $0,03$  mm or better should be used. Inion's calibrated digital slide calipers have electronic digital display with 0,01 mm resolution and  $\pm 0,02$  mm accuracy. Certain inaccuracy is acceptable when measuring test specimens.

## 7 Calculation

Maximum shear strength ( $\sigma$ ) of round rod in one-sided shear test can be calculated:

$$\sigma = \frac{F_{max}}{A} \quad (7-1.1)$$

In two-sided shear test:

$$\sigma = \frac{F_{max}}{2A} \quad (7-1.2)$$

Where  $F_{max}$  is the recorded maximum load in N;  
 $A$  is the area of cross-section of a round sample in mm<sup>2</sup>.

Maximum shear strength ( $\sigma$ ) of rectangular plate in one-sided shear test can be calculated:

$$\sigma = \frac{F_{max}}{BT} \quad (7-2.1)$$

In two-sided shear test:

$$\sigma = \frac{F_{max}}{2BT} \quad (7-2.2)$$

Where  $F_{max}$  is the recorded maximum load in N;  
 $B$  is the mean width of the rectangular plate in mm;  
 $T$  is the mean thickness of the rectangular plate in mm;

## 8 Reporting and saving the results

### 8.1 Report the following information:

- 8.1.1 Complete identification of the material tested, including type, source, manufacturer's code number, form, principal dimensions, and previous history,
- 8.1.2 A reference to the used standards,
- 8.1.3 Specific test method used: M450 or M451; one-sided or two-sided,
- 8.1.4 Conditioning procedure,
- 8.1.5 Direction of cutting and loading specimen, when appropriate,



Inion Oy

Standard Test Method  
Shear Test

Page 9 of 9

- 8.1.6 All dimensions of specimen,
- 8.1.7 Rate of crosshead motion,
- 8.1.8 Maximum shear load, average value and deviation in Newtons,
- 8.1.9 Maximum shear strength, average value and standard deviation in MPa,
- 8.1.10 Displacement-load curve i.e. displacement at any given load,
- 8.1.11 The individual test results,
- 8.1.12 If specimen is rejected, reason(s) for rejection, and
- 8.1.13 Date of specific version of test used.



## APPENDIX

### 1 SHEAR TEST SETUP IN ZWICK MATERIAL TESTING MACHINE

#### 1.1 Procedure

The used software is testXpert V 11.0. Mechanical testing is performed using Zwick Z020/TH2A universal materials testing machine.

The procedure of mechanical testing can be found from Zwick:

V-drive → Laboratory → Templates → Zwick R&D\_pohjat → Shear test

When opening the procedure from Zwick, a new window opens (see figure 1).

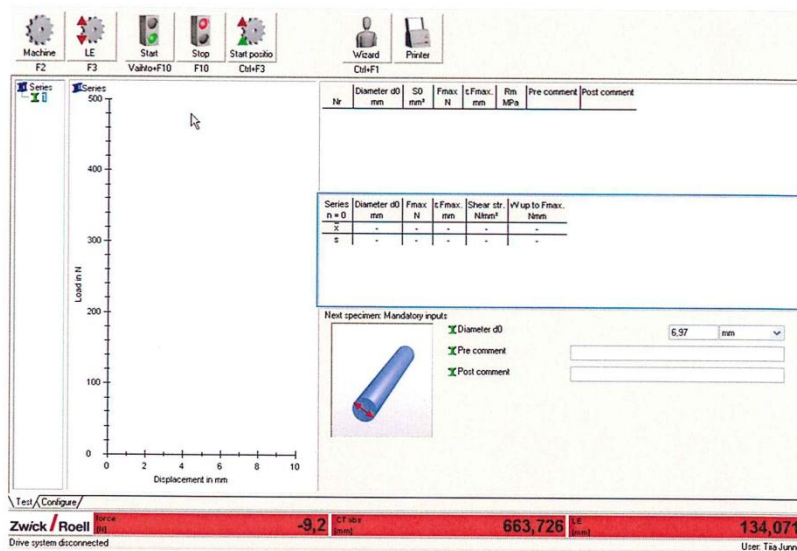


Figure 1. Zwick opening window

Wizard-button opens a new window, where you can set needed parameters for the test experiment (figure 2).

The screenshot shows the 'Parameters for protocol' window in the testXpert software. On the left is a navigation menu with 'Parameters for protocol' selected. The main area is titled 'These parameters appear in the standard protocol' and contains a list of input fields. A small image of an orange test specimen is visible in the background of the main area.

Parameter	Value
Responsible company	Inion Oy
Orderer	Timo Pohjonen
Test date	25.2.2013
Tester / operator	Tia Junno
Sample	Round specimen, D 7 mm
Sample lot number	-
Material	-
Shelf life follow up time	-
In-vitro follow up time	-
Post processing	Drawn billet

At the bottom of the window are four buttons: '< Back', 'Next >', 'Close', and 'Help'.

Figure 2. Parameters for protocol

Parameters needed to fill to the protocol of procedure:

- Responsible company
- Orderer
- Testing date
- Tester/operator
- Sample
- (- Sample type)
- (- Sterilization Lot Number)
- (- Material)
- Internal test standard
- International test standard
- Load cell
- Specimen grips
- (- Support separation)
- Test speed
- Testing temperature
- File name
- Remarks, if needed

### **1.2 Verification of the Test Method**

To ensure that the testXpert software uses correct parameters and formulas to calculate the test results of round billet and rectangular plate, five test specimens were tested according to the procedure of both types of billets. Test specimens were  $\varnothing 7,0$  mm round reinforced polylactide rods and 3,1 mm thick rectangular plates of the same material. Rectangular plates were produced by compression moulding of  $\varnothing 7,0$  mm round reinforced polylactide rods. Test parameters and results are shown in the test report on the following pages.

### 1.2.1 One-sided shear test results of round rod using testXpert software



#### Standard Test Method

#### Determination of Shear Strength of Unreinforced and Reinforced Biodegradable Implants

#### Shear Test

#### Methods M450 and M451

#### Parameter table:

Responsible company : Inion Oy  
 Orderer : Timo Pohjonen  
 Test date : 25.2.2013  
 Tester / operator : Tila Junno  
 Sample : Round specimen, D 7 mm  
 Sample lot number : -  
 Material : -  
 Shelf life follow up time : -  
 In-vitro follow up time : -  
 Post processing : Drawn billet  
 Internal test standard : M450/M451  
 International test standards:  
 Test speed : 10 mm/min  
 Load cell : 10kN  
 Specimen grips : B15980, 101023, 101024  
 Machine data : 20TH2A WN:145422  
 Crosshead travel monitor WN:145422  
 Load cell ID:0 WN:145423 10 kN  
 Testing temperature (°C) : 24,0  
 File name : shear test, standard test method  
 Remarks : -

#### Results:

Nr	Diameter d0 mm	S0 mm <sup>2</sup>	Fmax N	ε Fmax. mm	Rm MPa	Pre comment	Post comment
1	6,97	38,16	3187,39	1,55	83,54		
2	6,95	37,94	3022,86	1,74	79,68		
3	6,97	38,16	3231,51	1,50	84,69		
4	6,97	38,16	3113,84	1,50	81,61		
5	6,97	38,16	3005,94	1,49	78,78		

#### Statistics:

Series	Diameter d0 mm	Fmax N	ε Fmax. mm	Max. Shear force N	W up to Fmax. Nmm
n = 5					
x	6,966	3112,31	1,55	3112,31	3455,43
s	0,008944	98,95	0,10	98,95	263,17

### 1.2.2 Manual calculation of one-sided shear test result of round rod

To ensure that the calculation of the parameter, which the computer calculates according to set formula in testXpert, is correct, it is needed to check it by calculating the result manually. Manually calculated one-sided shear test result of round test sample no.1 is presented below.

Maximum shear strength ( $\sigma$ ) of round rod of one-sided shear test can be calculated using formula (7-1.1)

$$\sigma = \frac{F_{max}}{A} \quad (7-1.1)$$

$$\sigma = \frac{3187,39 \text{ N}}{38,14 \text{ mm}^2}$$

$$\sigma = 83,571 \text{ N/mm}^2$$

Where  $F_{max}$  is the recorded maximum load in N;  
 $A$  is the area of cross-section of a round sample in  $\text{mm}^2$ .

### 1.2.3 Comparison of one-sided shear test results of round rod

Result from testXpert and manually calculated result is shown in the table below (see table 1).

	Result from testXpert	Manually calculated result
<b>Max Shear strength (<math>\sigma</math>), MPa</b>	83,54	83,57

Table 1. One-sided shear test values of round rod

### 1.2.4 Two-sided shear test results of rectangular plate using testXpert software



#### Standard Test Method

#### Determination of Shear Strength of Unreinforced and Reinforced Biodegradable Implants

#### Shear Test

#### Methods M450 and M451

#### Parameter table:

Responsible company : Inion Oy  
 Orderer : Timo Pohjonen  
 Test date : 28.2.2013  
 Tester / operator : Tiia Junno  
 Sample : Rectangular specimen, thickness 3,1 mm  
 Sample lot number : -  
 Material : -  
 Shelf life follow up time : -  
 In-vitro follow up time : -  
 Post processing : Compressed sample  
 Internal test standard : M450/M451  
 International test standards:  
 Test speed : 10 mm/min  
 Load cell : 10kN  
 Specimen grips : B15980, B16060, B16140  
 Machine data : 20TH2A WN:145422  
 Crosshead travel monitor WN:145422  
 Load cell ID:0 WN:145423 10 kN  
 Testing temperature (°C) : 23,0  
 File name : shear test, two-sided standard test method  
 Remarks : -

#### Results:

Nr	Width b0 mm	Thickness a0 mm	S0 mm <sup>2</sup>	Fmax N	Max. Shear force N	ε Fmax. mm	Shear str. N/mm <sup>2</sup>	Pre comment
1	12,88	3,11	40,06	6718,61	3359,30	1,33	83,86	
2	12,92	3,12	40,31	6595,49	3297,75	1,26	81,81	
3	12,94	3,11	40,24	6550,86	3275,43	1,27	81,39	
4	12,88	3,12	40,19	6640,35	3320,17	1,26	82,62	
5	12,85	3,15	40,48	6805,00	3402,50	1,32	84,06	

Nr	Post comment
1	
2	
3	
4	
5	

#### Statistics:

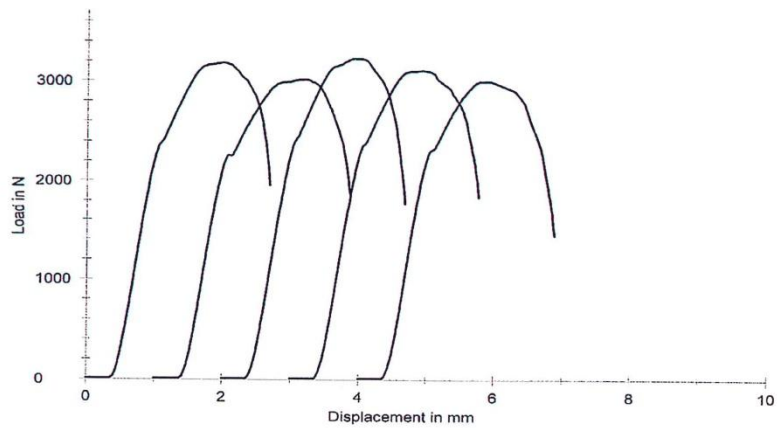


**Standard Test Method**  
**Determination of Shear Strength of Unreinforced and Reinforced Biodegradable Implants**

**Shear Test**

**Methods M450 and M451**

**Series graphics:**





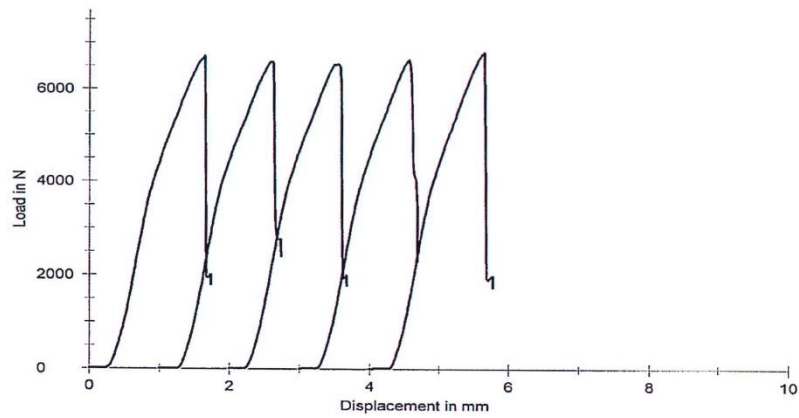
**Standard Test Method**  
**Determination of Shear Strength of Unreinforced and Reinforced Biodegradable Implants**

**Shear Test**

**Methods M450 and M451**

Series	Width b0 mm	Thickness a0 mm	S0 mm <sup>2</sup>	Fmax N	Max. Shear force N	e Fmax. mm	Shear str. N/mm <sup>2</sup>
n = 5							
x	12,89	3,12	40,25	6662,06	3331,03	1,29	82,75
s	0,04	0,02	0,1556	101,12	50,56	0,03	1,19

**Series graphics:**





### 1.2.5 Manual calculation of two-sided shear test result of rectangular plate

To ensure that the calculation of the parameter, which the computer calculates according to set formula in testXpert, is correct, it is needed to check it by calculating the result manually. Manually calculated two-sided shear test result of rectangular test sample no.1 is presented below.

Maximum shear strength ( $\sigma$ ) of rectangular plate of two-sided shear test can be calculated using formula (7-2.2)

$$\sigma = \frac{F_{max}}{2BT} \quad (7-2.2)$$

$$\sigma = \frac{6718.61 N}{2 \cdot 12,88 mm \cdot 3,11 mm}$$

$$\sigma = 83,864 N/mm^2$$

Where  $F_{max}$  is the recorded maximum load in N;  
 $B$  is the mean width of the rectangular plate in mm;  
 $T$  is the mean thickness of the rectangular plate in mm;

### 1.2.6 Comparison of two-sided shear test results of rectangular plate

Result from testXpert and manually calculated result is shown in the table below (see table 2).

	Result from testXpert	Manually calculated result
Max Shear strength ( $\sigma$ ), N/mm <sup>2</sup>	83,86	83,86

Table 2. Two-sided shear test values of rectangular plate

### 1.3 Conclusion

Formulas and used parameters of the round rod and rectangular plate of testXpert are verified to be correct as the results of manually calculated results and results from testXpert can be said to be equal.