#### AIAS – ASSOCIAZIONE ITALIANA PER L'ANALISI DELLE SOLLECITAZIONI

43° CONVEGNO NAZIONALE, 9-12 SETTEMBRE 2014, ALMA MATER STUDIORUM – UNIVERSITÀ DI BOLOGNA

AIAS 2014 - 359

# STUDIO DEL COMPORTAMENTO MECCANICO DELL'OSSO CORTICALE

F. Libonati<sup>a</sup>, L.Vergani<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Politecnico di Milano - Dipartimento di Meccanica, Via La Masa 1, 20156 Milano, e-mail: flavia.libonati@polimi.it <sup>b</sup> Politecnico di Milano - Dipartimento di Meccanica, Via La Masa 1, 20156 Milano, e-mail: laura.vergani.libonati@polimi.it

#### Sommario

Questo lavoro è incentrato sullo studio del comportamento meccanico dell'osso, ed in particolare a frattura, al fine di individuare elementi chiave della struttura ossea da riprodurre in un materiale bioispirato *ex novo*. L'osso è generalmente considerato un composito, caratterizzato da una struttura gerarchica a più livelli, dove ogni componente gioca un ruolo fondamentale nel determinare la risposta meccanica. Pertanto, per poter riprodurre le sue caratteristiche è necessario studiare attentamente la struttura e come questa influenza le performance finali. In questo lavoro sono state eseguite prove sperimentali su provini di osso corticale, prelevati dalla diafisi di un femore bovino. I campioni sono stati adeguatamente conservati in soluzione salina al fine di preservare le caratteristiche del materiale, intrinsecamente legate alla sua igroscopicità. Le prove sono state eseguite in accordo alle normative ASTM per materiali metallici e plastici, seguendo l'approccio più comunemente usato in letteratura. I risultati ottenuti dalle prove trovano riscontro con quanto presente in letteratura. Particolarmente utili ai fini dello studio del legame tra struttura e proprietà sono risultate le osservazioni al microscopio, che hanno consentito di individuare i vari componenti microstrutturali e i meccanismi di danneggiamento del materiale stesso.

#### Abstract

This paper is focused on the study of the mechanical behavior of bone, and in particular on the fracture response. The aim of this study is to find the key features of bone to be reproduced in a *de novo* bio-inspired material. Bone is generally considered as a hierarchical composite, where each building block or characteristic feature has a crucial role in determining the overall mechanical performance of this material. Hence, to mimic its characteristics it is important to perform a detailed study of its structure and structure-property relationship. Here we show the results of experimental tests carried out on cortical bone specimens, cut from the mid-shaft of a bovine femur. Being bone properties strictly correlated to the water content, we stored the samples in saline solution before testing. We carried out mechanical tests by following the ASTM for metallic and plastic materials and we obtained results comparable with the literature. We also performed microscopic observations, which allowed us to pinpoint the microstructural components and the damage mechanisms.

Parole chiave: osso corticale, caratterizzazione, frattura.

#### **1. INTRODUZIONE**

Lo studio dell'osso è un argomento di ricerca di estremo interesse, sia da un punto di vista medico che ingegneristico [1, 2] e, pur essendo un tema di ricerca consolidato, continua tutt'oggi a stimolare l'interesse di molti ricercatori. In particolare, lo studio del comportamento meccanico ha importanti

ricadute sul settore biomedicale, per la previsione di fratture o riassorbimenti ossei [3], ma anche sul settore ingegneristico, per lo studio di componenti protesici, e nell'ingegneria tissutale e biomimetica [4-7]. Quest'ultima rappresenta un trend tecnologico in ascesa, in cui la ricerca dà un forte impulso allo sviluppo di soluzioni innovative. Questo lavoro è incentrato sullo studio del comportamento meccanico dell'osso, e in particolare a frattura, al fine di individuare elementi chiave della struttura ossea da riprodurre in un materiale bio-ispirato *ex novo* [8]. L'osso è generalmente considerato un composito, caratterizzato da una struttura gerarchica a più livelli, dove ogni componente gioca un ruolo fondamentale nel determinare la risposta meccanica. Pertanto, per poter riprodurre le sue caratteristiche è necessario studiare attentamente la struttura e come questa influenza le performance finali. Una caratteristica importante dell'osso, che desta particolare interesse tra i ricercatori, è il comportamento a frattura e la tenacità di questo materiale, soprattutto se confrontata con le caratteristiche meccaniche delle materie prime di cui è costituito [4, 9]. La risposta meccanica dell'osso a frattura è strettamente correlata alla sua struttura gerarchica ed è il risultato di diversi meccanismi di tenacizzazione che agiscono a varie scale [2, 10, 11]. Per questo motivo è necessario seguire un approccio alla multiscala che consenta di apprezzare l'influenza della struttura sulle proprietà meccaniche.

In questo lavoro sono state eseguite prove sperimentali su provini di osso corticale, prelevati dalla diafisi di un femore bovino. I campioni sono stati adeguatamente conservati in soluzione salina al fine di preservare le caratteristiche del materiale, intrinsecamente legate alla sua igroscopicità. Le prove sono state eseguite in accordo alle normative ASTM per materiali metallici e plastici, seguendo l'approccio più comunemente usato in letteratura. I risultati ottenuti dalle prove trovano riscontro con quanto presente in letteratura. Particolarmente utili ai fini dello studio del legame tra struttura e proprietà sono risultate le osservazioni al microscopio, che hanno consentito di individuare i vari componenti microstrutturali e i meccanismi di danneggiamento del materiale stesso.

#### 2. L'OSSO COME MATERIALE INGEGNERISTICO

L'osso ha una struttura gerarchica molto complessa, che comprende sette livelli - dalla scala subnanometrica alla macroscala - ognuno caratterizzato da una diversa organizzazione interna. Al livello sub-nanometrico i componenti principali sono la molecola di tropocollagene, caratterizzata da una forma elicoidale, e l'idrossiapatite, un cristallo con un reticolo di tipo esagonale compatto. Le molecole di tropocollagene si assemblano a formare delle fibrille di collagene (~ 1 µm). Ad un livello gerarchico superiore queste sono organizzate in una configurazione sfalsata e mostrano dei piccoli vuoti, "gaps", nei quali si ha la formazione e la crescita dei cristalli di idrossiapatite, durante il processo di mineralizzazione. Le fibrille mineralizzate sono organizzate in arrays (~ 10-50 µm), dove la matrice proteica fa da collante e le fibre sono disposte secondo diverse orientazioni, (e.g. parallele, random, intrecciate), analogamente al caso dei materiali compositi. Diversi strati di fibrille, ognuno con la sua orientazione, si assemblano per formare delle lamelle (dello spessore di ~ 3-7 µm). Queste lamelle sono disposte in modo concentrico intorno ad un canale vascolare, canale di Havers, a formare degli osteoni, elementi strutturali (di diametro di circa 200-300 µm e lunghezza 1-2 cm) caratteristici della microstruttura dell'osso corticale, nota anche come struttura Haversiana. Lo strato esterno di ogni osteone è chiamato linea cementizia e si riforma continuamente grazie al processo di rimodellamento osseo, che avviene grazie all'attività metabolica operata dal flusso sanguigno dei canali vascolari e dei canalicoli. Oltre all'organizzazione concentrica, nella microstruttura ossea sono presenti anche delle lamelle interstiziali, che colmano le zone comprese tra più osteoni. Al livello macroscopico, l'osso si può distinguere in corticale, o compatto, e spongioso, o trabecolare, caratterizzato da un'elevata porosità. La diversa microstruttura e densità di questi tipi di osso determina le diverse proprietà meccaniche e di conseguenza le diverse funzioni. Entrambi i tipi di osso sono presenti nel corpo umano, in diverse zone, a seconda delle proprietà meccaniche richieste.

Questa differenziazione in termini di struttura spiega la grande adattabilità del tessuto osseo a diverse funzioni e bisogni. Ad ogni livello si possono riconoscere infatti, particolari elementi strutturali, con dimensioni e forma caratteristiche, che hanno un ruolo chiave nel determinare le proprietà meccaniche del materiale. Ad esempio, i mattoni principali di tutti i tipi di tessuto osseo, collagene e idrossiapatite, hanno forma e dimensioni caratteristiche [12], e presentano alla nanoscala una particolare configurazione sfalsata, con i cristalli di minerale che riempiono i vuoti tra due catene consecutive di

collagene. La loro forma, dimensione e organizzazione hanno un ruolo chiave nel determinare il comportamento globale dell'osso. Ad ogni livello gerarchico della struttura ossea si attivano particolari meccanismi che influiscono positivamente sulle performance del materiale [11]. Tuttavia, non è ancora chiaro agli studiosi cosa accade a livello sub-nanometrico, come i componenti basilari dell'osso rispondono a stimoli esterni e come interagiscono tra di loro.

Oggigiorno nel campo della ricerca, sta prendendo piede l'approccio ingegneristico alla multiscala, in cui si cerca di studiare il comportamento di un materiale a diversi livelli, con particolare attenzione alla sua struttura interna. L'intento è, infatti, quello di trovare la risposta di determinati comportamenti nella struttura del materiale.

Il comportamento dell'osso alla macroscala è stato ampiamente studiato, per via sperimentale e numerica [10, 13, 14]. La microstruttura dell'osso è stata, poi, caratterizzata in diverse condizioni di carico [15-18], confermandone il comportamento anisotropo, principalmente dovuto all'organizzazione interna, alla struttura allungata dell'osteone, e alla prevalente direzione longitudinale delle fibre in ogni osteone.

L'ottima combinazione delle proprietà meccaniche che si ha nell'osso è imputabile ad una combinazione di meccanismi di tenacizzazione, attivati alla micro- e nanoscala: meccanismi di tenacizzazione intriseci, come lo svolgimento e sgomitolamento delle catene molecolari, e lo scorrimento intermolecolare, che si attivano a scale inferiori ad 1  $\mu$ m ed hanno un effetto diretto sul comportamento delle molecole di collagene e delle fibrille mineralizzate; meccanismi di tenacizzazione estrinseci, nel range 10-100  $\mu$ m, che includono la deflessione della cricca, che si verifica all'interfaccia tra due osteoni, la formazione di microcricche confinate in una determinata regione, e il crack bridging per mezzo di legamenti non danneggiati, attivato dalla formazione di microcricche [11, 19].

La formazione di microcricche interessa soprattutto la regione delle linee cementizie, e tenacizza l'osso mediante un continuo rilascio energetico. Inoltre, questa regione è interessata da un continuo rimodellamento osseo, che spiega la capacità auto-riparante dell'osso. La deflessione della cricca, che generalmente avviene all'interfaccia tra due osteoni, è il meccanismo che contribuisce maggiormente ad aumentare la tenacità dell'osso, inibendo il processo di crescita della cricca e aumentando la capacità dissipativa del materiale [20]. Gli osteoni dunque, hanno un ruolo chiave nel meccanismo di deflessione della cricca, insieme alle linee cementizie, che costituiscono sito preferenziale di formazione di microcricche [10].

### 3. MATERIALI E METODI

I campioni sono stati ottenuti dalla diafisi di un femore bovino di 18 mesi, a tre giorni dal macello. Dopo aver rimosso il midollo, sono stati ottenuti i campioni dalla zona corticale, il cui spessore è maggiore nella zona centrale della diafisi. Durante il taglio alle macchine utensili, i campioni sono stati mantenuti umidi per non alterare le proprietà dell'osso, legate alla sua igroscopicità. I campioni sono stati successivamente conservati in soluzione salina ad una temperatura di 3 °C per 20 ore, poi mantenuti nella stessa soluzione a temperatura ambiente per un'ora e rimossi immediatamente prima di eseguire una prova meccanica, al fine di non alterare le proprietà meccaniche.

E' stata eseguita una completa caratterizzazione meccanica sotto condizioni di carico statiche: i) prove di trazione, ii) compressione, iii) flessione, e iv) tenacità alla frattura. Per tutti i test è stata utilizzata una macchina di trazione universale MTS ALLIANCE RT/100 dotata di una cella di carico di 100 kN, con una calibrazione dell'ordine di 1 kN.

La campagna di prove sperimentali è stata poi completata con l'osservazione del materiale e delle superfici di frattura al microscopio ottico (OM) ed elettronico (SEM) al fine di indagare i meccanismi di danneggiamento che si verificano alla microscala. In Figura 1 sono mostrati la zona da cui sono stati ricavati i provini, un esempio di provino per prove di trazione, e un esempio di setup sperimentale (i.e. caso relativo ad una prova di tenacità).

### 3.1. Prove di trazione

Le prove di trazione sono state eseguite secondo la normativa ASTM E8/E8M [21], generalmente utilizzata per materiali metallici ma già adottata in letteratura per prove di trazione su tessuto osseo. Per

queste prove sono stati utilizzati 5 provini cilindrici a clessidra secondo normativa, con lunghezza totale 67 mm, diametro nominale di 3 mm e lunghezza del tratto nominale di 10 mm. Le prove sono state eseguite in controllo di spostamento, con una velocità di spostamento della traversa di 1 mm/min e una frequenza di acquisizione di dati di 10 Hz. Per misurare l'allungamento inoltre, è stato utilizzato un estensometro MTS 632.26F-20.

## 3.2. Prove di compressione

Le prove di compressione sono state eseguite secondo la normativa ASTM E9 [22]. Per queste prove sono stati utilizzati 7 provini cilindrici con diametro pari a 7 mm e rapporto altezza/diametro pari a 2. Per misurare la deflessione è stato utilizzato un deflettometro MTS 632.26F-20. Le prove sono state eseguite in controllo di spostamento, con una velocità di spostamento della traversa di 0.7 mm/min e una frequenza di acquisizione di dati di 10 Hz.

## 3.3. Prove di flessione su tre punti

Essendo il femore soggetto prevalentemente a carichi di flessione e compressione, è risultato utile eseguire anche delle prove di flessione in modo tale da analizzare la risposta locale del materiale. Sono state eseguite prove di flessione su tre punti, seguendo la normativa ASTM D790 [23], generalmente utilizzata per materiale plastico non rinforzato ma precedentemente adottata anche per studi sull'osso corticale [24]. Le prove sono state eseguite in controllo di spostamento, con una velocità di spostamento della traversa di 0.5 mm/min ed una frequenza di acquisizione dei dati di 10 Hz. Per le prove sono stati utilizzati provini rettangolari (50·8·4 mm), dove la lunghezza di ogni provino corrisponde alla direzione longitudinale degli osteoni.

## 3.4. Prove di tenacità alla frattura

Per le prove di tenacità alla frattura si è deciso di seguire la normativa ASTM E399 [25], generalmente utilizzata per determinare la tenacità a frattura dei metalli. Per queste prove sono state adottate due tipologie di provino: il single edge notch bending, SE(B), e il compact tension, C(T).

Il primo è stato sottoposto ad un carico di flessione su tre punti. Per questa tipologia di prova sono stati utilizzati campioni rettangolari con W = 10 mm ed un intaglio pari alla metà della larghezza del campione. Anche in questo caso la lunghezza del provino corrisponde alla direzione longitudinale degli osteoni. Per ottenere una concentrazione di sforzo localizzata, generalmente la norma consiglia di precriccare il provino sottoponendolo a dei cicli di fatica. In questo caso però, considerando i classici fenomeni di deviazione della cricca che interessano la struttura ossea, si è preferito utilizzare una lama di rasoio per ottenere una cricca di circa 200  $\mu$ m, la cui lunghezza è stata misurata al microscopio ottico. Le prove sono state eseguite in controllo di spostamento, con una velocità di spostamento della traversa di 0.1 mm/min e una frequenza di acquisizione dei dati di 10 Hz.

Per studiare il comportamento a frattura in modo I sono stati utilizzati anche provini C(T) con W = 25.4 mm e la direzione longitudinale degli osteoni parallela al carico applicato ai provini. Come per i provini SE(B), anche in questo caso si è deciso di utilizzare una lama di rasoio per innescare una pre-cricca di 200  $\mu$ m. Le prove sono state eseguite in controllo di spostamento, con una velocità di spostamento della traversa di 0.1 mm/min ed una frequenza di acquisizione dei dati di 10 Hz. Per i provini C(T) inoltre, è stato adottato un clip gage (MTS 632.02F-20) per misurare accuratamente l'apertura della cricca (CMOD) durante la prova.

In entrambi i casi, le dimensioni dei provini non sono completamente conformi a quelle previste dalla norma, a causa dello spessore limitato della zona corticale dalla quale sono stati prelevati.

# 3.5. Osservazioni al microscopio

Per osservare i campioni al microscopio sono stati utilizzati un microscopio ottico (LEITZ WETZLAR GmbH type 307-148-002) ed un microscopio a scansione elettronica (SEM Evo 50 EP Zeiss, Oxford Instruments). Prima di eseguire le osservazioni al microscopio ottico, le superfici dei campioni di osso

sono state adeguatamente preparate utilizzando carte abrasive con diversi gradi di granulometria (grit 600, 800, 1200, 2500), passati in acqua distillata e poi lucidati con una carta abrasiva diamantata.

I campioni osservati al SEM invece, sono stati precedentemente disidratati e poi metallizzati per rendere le superfici conduttive; in seguito sono stati osservati al SEM in alto vuoto, utilizzando elettroni secondari. Inoltre, è stata utilizzata la spettrometria EDX (i.e. Energy Dispersive X-ray) per eseguire una caratterizzazione qualitativa e quantitativa del tessuto osseo.



Figura 1: a) Taglio della parte centrale della diafisi del femore; b) esempio di un provino per prove di trazione; c) setup della macchina di prova.

# 4. RISULTATI

# 4.1. Prove di caratterizzazione meccanica

I risultati delle prove statiche sono riassunti in Tabella 1. I valori ottenuti mostrano un buon confronto con quanto presente in letteratura [2, 26, 27] e una buona ripetibilità. C'è un'ampia letteratura sulla caratterizzazione dell'osso; questo materiale presenta, tuttavia, una grande variabilità, poiché le sue proprietà dipendono da molti fattori che influenzano la struttura e di conseguenza le proprietà meccaniche.

Risultati	Trazione	Compressione	Flessione	Tenacità SE(B)	Tenacità C(T)
E [GPa]	$15.7\pm3.3$	$12.9\pm4.1$	$10.7\pm1.4$	-	-
σ <sub>y</sub> [MPa]	$88 \pm 21$	$146 \pm 46$	-	-	-
$\sigma_{\rm U}$ [MPa]	$96 \pm 28$	$148 \pm 47$	$217 \pm 16$	-	-
K <sub>Ic</sub> [MPa√m] (E399) [25]	-	-	-	5.5	$5.82 \pm 0.64 \ *(K_Q)$
J <sub>Jc</sub> [KJ/m <sup>2</sup> ] (E1820) [28]	-	-	-	3.175	$3.794 \pm 1.061$
K <sub>Jc</sub> [MPa√m] (E1820) [28]	-	-	-	6.4	$8.18 \pm 1.15$

Tabella 1: Risultati della caratterizzazione sperimentale del tessuto osseo corticale bovino

I risultati delle prove di trazione hanno mostrato un comportamento da fragile a quasi duttile (Figura 3 a)). La possibile differenza che si è notata nella risposta meccanica dei vari campioni è imputabile alla zona di prelevamento del campione. Si ipotizza dunque una certa dipendenza delle proprietà meccaniche dell'osso dalla struttura e dalla posizione nella componente femorale. Questo aspetto sarà oggetto di ulteriore investigazione in studi successivi. Tutti i provini hanno mostrato una modalità di cedimento simile, di tipo trasversale nella zona del tratto utile, eccetto un campione (T5), rappresentato in Figura 2a) con una curva gialla, che ha mostrato un comportamento decisamente più fragile ed una superficie di frattura diversa dalle altre e più fibrosa.

I risultati delle prove di compressione hanno mostrato una certa dispersione. È stato indagato anche l'effetto delle velocità di deformazione ma non è stata trovata un'evidente correlazione. I risultati mostrati in Figura 2b) sono tutti riferiti a prove eseguite alla stessa velocità di deformazione, pari a 0.7 mm/min. Data la dispersione dei dati sperimentali, in particolare dei dati relativi allo snervamento e alla rottura, si pensa di eseguire ulteriori prove e di indagare anche l'effetto della zona di prelevamento del

campione. Nonostante i valori di resistenza a compressione siano abbastanza dispersi, la modalità di rottura è simile per tutti i provini ed avviene su un piano obliquo, inclinato di circa 45° rispetto alla direzione di applicazione del carico.



Figura 2: a) Risultati delle prove di trazione; b) risultati delle prove di compressione.

Il materiale osseo ha mostrato un buon comportamento meccanico sotto carichi di flessione. La flessione è, infatti, una tipologia di carico comune nel femore umano e bovino, e genera zone con stati di sforzo di trazione e compressione. Queste ultime si pensa siano quelle maggiormente interessate dal rimodellamento osseo e quindi con una struttura più marcatamente Haversiana (i.e. cioè caratterizzate dalla presenza di osteoni). I grafici relativi alle prove di flessione sono rappresentati in Figura 3 a). In Figura 3b) invece, è riportato il confronto tra due prove di tenacità alla frattura: una eseguita su provini SE(B) e un'altra, eseguita su provini C(T). In entrambi i casi si parla di tenacità alla frattura trasversale, ossia perpendicolare alla direzione principale degli osteoni. Anche in questo caso i valori ottenuti sono molto vicini alla letteratura. Le prove di tenacità sono state eseguite secondo la norma ASTM E399 [25], e in quasi tutti i test sono state confermate le condizioni di deformazione piana, come richiesto dalla normativa. Tuttavia, in alcuni casi non è stato possibile calcolare K<sub>IC</sub> secondo l'approccio della LEFM, a causa del comportamento elasto-plastico dell'osso. In questi casi si è dovuto seguire l'approccio della NLFM, secondo la normativa ASTM E1820 [28] e calcolare in questo modo l'integrale J. Questo tipo di misura rappresenta la tenacità del materiale all'inizio della frattura, mentre mediante una prova di propagazione è possibile misurare la resistenza del materiale alla propagazione della cricca, che è uno dei punti di forza del tessuto osseo [2, 10, 29].



Figura 3: a) Risultati delle prove di flessione su tre punti; b) risultati delle prove di tenacità alla frattura.

Le modalità di frattura riscontrate nelle prove di tenacità sono mostrate in Figura 4. Nel caso dei provini SE(B), Figura 4 a), la rottura avviene in direzione trasversale agli osteoni e quindi la superficie di frattura è più frastagliata. Nel caso dei provini C(T), invece, la cricca non propaga in modo trasversale al carico ma devia di circa 90° per poi propagare longitudinalmente (i.e. parallelamente agli osteoni) causando un cedimento per splitting in tutti i provini. In uno dei provini C(T) la rottura è avvenuta invece per la

combinazione di due fenomeni, il crack branching e lo splitting longitudinale, che hanno portato al tipico cedimento a "farfalla", molto comune per ossa come il femore, soggetto ad uno sforzo di tenso-flessione.



Figura 4: a) Rottura di un provino SE(B); b) rottura di un provino C(T).

# 4.2. Osservazioni al microscopio

Le osservazioni al microscopio sono risultate particolarmente utili poiché hanno permesso di ottenere informazioni importanti sulla microstruttura e sui componenti. L'osservazione delle superfici di frattura, invece, ha permesso di ottenere informazioni importanti sui meccanismi di danneggiamento e di tenacizzazione.

In Figura 5 è mostrata la sezione trasversale della diafisi del femore, lucidata ma non decalcificata. È possibile innanzitutto notare gli osteoni, dalla caratteristica forma quasi circolare, con al centro il canale di Havers, e le lamelle circonferenziali. Lo strato esterno di tessuto connettivo, linea cementizia, in questo caso non è chiaramente visibile, ma può essere evidenziato mediante luce polarizzata. Tra più osteoni si possono notare altre lamelle che costituiscono la matrice interstiziale. Nella struttura si possono notare numerose porosità, oltre al canale di Havers. Quelle dalla caratteristica forma lenticolare sono le lacune, presenti all'interno di ciascun osteone. Dalle lacune ossee, che in vivo ospitano gli osteociti (i.e. cellule più comuni del tessuto osseo), dipartono, in direzione ortogonale, i canalicoli, che sono canali di trasporto secondario connessi a quelli principali (i.e. canali di Havers), che invece si estendono longitudinalmente agli osteoni ed ospitano i casi sanguigni.



Figura 5: Immagini al microscopio ottico della sezione del femore bovino. a) Sezione trasversale (ingrandimento 100X); b) sezione longitudinale (ingrandimento 50X).

In Figura 6 sono rappresentate due superfici di frattura: la a) relativa ad un provino SE(B), la b) relativa ad un provino C(T). Nella prima sono visibili gli osteoni, riconoscibili dalla struttura concentrica e dai canali di Havers. In Figura 6 a) è possibile anche vedere una cricca che propaga all'interfaccia tra due osteoni. In Figura 6 b) invece, la superficie di frattura è meno scabra e somiglia più ad una rottura fragile. In realtà cambia il meccanismo di danneggiamento. In questo caso la maggior parte dell'energia di frattura viene spesa per la deviazione della cricca, dopodichè si ha la propagazione longitudinale lungo l'interfaccia debole tra osteoni.



Figura 6: Immagini al microscopio SEM delle superfici di frattura di campioni di femore bovino precedentemente sottoposti a prove di tenacità: a) superficie di frattura di un provino SE(B) (ingrandimento 500X); b) superficie di frattura di un provino C(T) (ingrandimento 500X).

### 5. CONCLUSIONI

In questo lavoro è stato presentato uno studio del tessuto osseo corticale prelevato da un femore bovino. I risultati hanno mostrato un buon confronto con la letteratura, pur essendoci una grande variabilità nelle proprietà del tessuto osseo. Si è notato come questo materiale presenti una marcata igroscopicità, che porta ad un comportamento più fragile in caso di perdita della componente acquosa. In generale, il comportamento dell'osso può esser considerato quasi duttile, pur non mostrando elevate deformazioni plastiche. La dissipazione dell'energia di deformazione avviene infatti mediante altri meccanismi, quali la deviazione della cricca, la formazione di micro-cricche, il bridging delle fibrille di collagene o dei legamenti non criccati, molti dei quali confermati dalle osservazioni eseguite al SEM sulle superfici di frattura.

Data la dispersione di alcuni dati sperimentali, si ipotizza una certa dipendenza delle proprietà meccaniche dalla zona di tessuto analizzata. La risposta meccanica dell'osso è, infatti, strettamente correlata alla struttura interna. La struttura Haversiana in particolare, è il risultato del rimodellamento osseo, indotto dai carichi a cui è soggetto l'osso. Per cui, sollecitazioni di natura differente possono influire sul processo di rimodellamento portando ad una diversa organizzazione interna e quindi a diverse proprietà meccaniche. Questo aspetto è di sicuro molto interessante e sarà oggetto di un ulteriore studio. Questo studio può essere ulteriormente esteso ad una caratterizzazione dinamica del materiale, per comprendere l'evoluzione del danneggiamento sotto una condizione più realistica di carichi di fatica. Questo lavoro di ricerca è volto principalmente allo studio del comportamento a frattura dell'osso corticale bovino e dei meccanismi di tenacizzazione che si verificano nella sua microstruttura, al fine di riprodurli in un nuovo materiale composito dal design ispirato all'osso. Attualmente si sta, infatti, progettando un materiale composito sintetico ispirato alla microstruttura dell'osso [8], al fine di incrementarne la tenacità attivando meccanismi di tenacizzazione simili a quelli riscontrati nella microstruttura ossea. I risultati di questo studio sperimentale, potranno sicuramente fornire ulteriori spunti per ottimizzare il primo design del materiale, portando ad una soluzione valida e vantaggiosa rispetto ai tradizionali laminati compositi.

### **BIBLIOGRAFIA**

- [1] H. S. Gupta, "Mechanisms of bone deformation and fracture," *IBMS BoneKEy*, vol. 7, p. 11, 2010.
- [2] R. K. Nalla, J. S. Stölken, J. H. Kinney, and R. O. Ritchie, "Fracture in human cortical bone: local fracture criteria and toughening mechanisms," *Journal of Biomechanics*, vol. 38, pp. 1517-1525, 2005.
- [3] R. O. Ritchie, R. K. Nalla, J. J. Kruzic, J. W. Ager, G. Balooch, and J. H. Kinney, "Fracture and Ageing in Bone: Toughness and Structural Characterization," *Strain*, vol. 42, pp. 225-232, 2006.

- [4] F. Barthelat and R. Rabiei, "Toughness amplification in natural composites," *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, vol. 59, pp. 829-840, 2011.
- [5] H. D. Espinosa, J. E. Rim, F. Barthelat, and M. J. Buehler, "Merger of structure and material in nacre and bone - Perspectives on de novo biomimetic materials," *Progress in Materials Science*, vol. 54, pp. 1059-1100, 2009.
- [6] F. Barthelat, "Nacre from mollusk shells: a model for high-performance structural materials," *Bioinspiration & Biomimetics*, vol. 5, p. 035001, 2010.
- [7] K. Liu and L. Jiang, "Bio-inspired design of multiscale structures for function integration," *Nano Today*, vol. 6, pp. 155-175, 2011.
- [8] F. Libonati, C. Colombo, and L. Vergani, "Design and characterization of a biomimetic composite inspired to human bone," *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, vol. 37, pp. 772-781, 2014.
- [9] E. A. Zimmermann, M. E. Launey, H. D. Barth, and R. O. Ritchie, "Mixed-mode fracture of human cortical bone," *Biomaterials*, vol. 30, pp. 5877-5884, 2009.
- [10] R. K. Nalla, J. J. Kruzic, J. H. Kinney, and R. O. Ritchie, "Mechanistic aspects of fracture and R-curve behavior in human cortical bone," *Biomaterials*, vol. 26, pp. 217-231, 2005.
- [11] R. O. Ritchie, M. J. Buehler, and P. Hansma, "Plasticity and toughness in bone," *Physics Today*, vol. 62, pp. 41-47, 2009.
- [12] F. Libonati, A. K. Nair, L. Vergani, and M. J. Buehler, "Fracture mechanics of hydroxyapatite single crystals under geometric confinement," *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, vol. 20, pp. 184-191, 2013.
- [13] LAMMPS. <u>http://lammps.sandia.gov</u>. Available: <u>http://lammps.sandia.gov</u>
- [14] K. J. Koester, J. W. Ager, and R. O. Ritchie, "The true toughness of human cortical bone measured with realistically short cracks," *Nature Materials*, vol. 7, pp. 672-677, 2008.
- [15] A. Ascenzi, P. Baschieri, and A. Benvenuti, "The bending properties of single osteons," *Journal of Biomechanics*, vol. 23, pp. 763-771, 1990.
- [16] A. Ascenzi and E. Bonucci, "The compressive properties of single osteons as a problem of molecular biology," *Calcified Tissue Research*, vol. 2, pp. 44-44a, 1968.
- [17] A. Ascenzi and E. Bonucci, "The tensile properties of single osteons," *The Anatomical Record*, vol. 158, pp. 375-386, 1967.
- [18] A. Ascenzi, P. Baschieri, and A. Benvenuti, "The torsional properties of single selected osteons," *Journal of Biomechanics*, vol. 27, pp. 875-884, 1994.
- [19] M. E. Launey, M. J. Buehler, and R. O. Ritchie, "On the Mechanistic Origins of Toughness in Bone," *Annual Review of Materials Research*, vol. 40, pp. 25-53, 2010.
- [20] R. K. Nalla, J. H. Kinney, and R. O. Ritchie, "Mechanistic fracture criteria for the failure of human cortical bone," *Nature Materials*, vol. 2, pp. 164-168, 2003.
- [21] ASTM, "E8/E8M Standard Test Method for Tension Testing of Metallic Materials," ASTM, Ed., ed, 2013.
- [22] ASTM, "E9 Standard Test Methods of Compression Testing of Metallic Materials at Room Temperature," 2009.
- [23] ASTM, "D790 Standard Test Methods for Flexural Properties of Unreinforced and Reinforced Plastics and Electrical Insulating Materials," ed: ASTM, 2010.
- [24] A. Simkin and G. Robin, "The mechanical testing of bone in bending," *Journal of Biomechanics*, vol. 6, pp. 31-39, 1973.
- [25] ASTM, "E399 Standard Test Method for Linear-Elastic Plane-Strain Fracture Toughness K<sub>Ic</sub> of Metallic Materials ", ed, 2012.
- [26] S. Nobakhti, G. Limbert, and P. J. Thurner, "Cement lines and interlamellar areas in compact bone as strain amplifiers – Contributors to elasticity, fracture toughness and mechanotransduction," *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, vol. 29, pp. 235-251, 2014.
- [27] J. Yan, J. J. Mecholsky Jr, and K. B. Clifton, "How tough is bone? Application of elastic–plastic fracture mechanics to bone," *Bone*, vol. 40, pp. 479-484, 2007.
- [28] ASTM, "E1820 Standard Test Method for Measurement of Fracture Toughness," ed, 2013.
- [29] D. Vashishth, J. C. Behiri, and W. Bonfield, "Crack growth resistance in cortical bone: Concept of microcrack toughening," *Journal of Biomechanics*, vol. 30, pp. 763-769, 1997.