

## CALIBRATION OF CONSTITUTIVE MODEL FOR TRABECULAR BONE BASED ON NANOINDENTATION

P. Zlámal<sup>1</sup>, O. Jiroušek<sup>2</sup>, J. Němeček<sup>3</sup>

**Summary:** *The paper deals with investigation of trabecular bone behaviour using micromechanical Finite Element models of its inner structure. Material properties of the  $\mu$ FE models are assessed using nanoindentation test. The material properties are then used in the FE simulations of behaviour of trabecular bone under uniaxial loading. Two different plasticity criteria are tested, namely von Mises and Drucker-Prager. Von Mises criterium is extended bilinear isotropic hardening. Constants needed for numerical material model are obtained from fitting procedure of experimental load-displacement curve.*

### 1. Úvod

Nanoindentační experiment představuje moderní metodu pro zkoumání materiálových vlastností širokého spektra materiálů. Zkoumané materiály při nanoindentačním experimentu mohou být co do své vnitřní struktury či složení zcela odlišné. Příkladem lze uvést biologické vzorky (např. trabekulární kost, chrupavka), nekonvenční vzorky (např. kompozity, kovové pěny) či zcela konvenční materiály. Podstata nanoindentačního experimentu spočívá v zatlačování velmi přesného hrotu do vybraného místa zkoumaného materiálového vzorku. Na základě takto řízeného posuvu hrotu se sestavuje křivka závislosti vyvinuté síly na dosažené hloubce indentoru. Z obdržené křivky je pak zpětně možné vyvodit závěry o materiálových vlastnostech zkoumaného vzorku. Vedle takto prováděných zkoušek lze v úlohách mechaniky s úspěchem využít metod založených na použití numerických matematických modelů. Simulace, za použití numerických modelů založených na teorii metody konečných prvků, dokáží levně a efektivně doplňovat v praxi realizované experimenty.

Práce se zabývá provedenou nanoindentační zkouškou a následnou počitačovou simulací tohoto experimentu v MKP výpočetním softwaru Ansys. Zkoumaným materiálem v prezentované úloze byl vzorek trabekulární kosti na úrovni jediné trabekuly. Cílem bylo vytvořit numerický model, který by při simulaci co nejlépe odpovídal chování reálného vzorku v provedeném experimentu. Za tímto účelem byly vytvořeny numerické modely s elasto-plastickými materiálovými charakteristikami a se dvěma různými kritérii plasticity. Jmenovitě se jednalo, u prvního typu

<sup>1</sup> Bc. Petr Zlámal, Department of Mechanics and Materials, Faculty of Transportation Sciences CTU, Konviktská 20, 110 00 Prague 1, e-mail xzlamal@fd.cvut.cz

<sup>2</sup> Doc. Ing. Ondřej Jiroušek, Ph.D., Department of Biomechanics, Institute of Theoretical and Applied Mechanics AS CR, v.v.i, Prosecká 76, 190 00 Prague 9, e-mail jirousek@itam.cas.cz

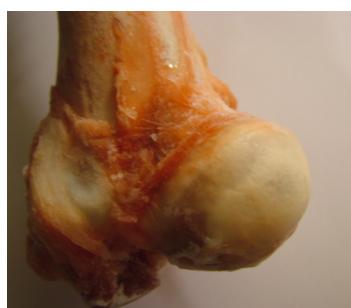
<sup>3</sup> Ing. Jiří Němeček, Ph.D., Department of Mechanics, Faculty of Civil Engineering CTU, Thákurova 7, 166 29 Prague 6, e-mail jiri.nemecek@fsv.cvut.cz

modelu, o podmínce plasticity dle von Misise, druhý typ byl založen na Drucker-Pragerově podmínce plasticity. Volba materiálových modelů byla obdobná jako v Mullins (2008), kde byla provedená podobná studie. Výsledky ze simulací pro jednotlivé modely byly porovnány jak vzájemně, tak s výsledky z provedeného nanoindentačního experimentu.

## 2. Popis experimentu

### 2.1. Příprava vzorku

Z hlavice vepřové stehenní kosti (obr. 1(a)) byl na přesné pile (Buehler Isomet 1000) vyříznut plátek tloušťky 4 mm. Vyříznutý plátek byl broušen na rotační brusce (Buehler Beta) kotoučem 400 (400 zrn na čtvereční palec) a následně přebroušen kotoučem 1200. Vybrusený vzorek byl posléze 15 minut čištěn v ultrazvukové čističce (Polsonic SONIC 3) v roztoku detergentu. Poté byl znova přebroušen diamantovou pastou (zrno  $3 \mu\text{m}$ ) a vyleštěn (zrno  $0.05 \mu\text{m}$ ). Z takto upraveného plátku byl již vyříznut finální vzorek kvádrového tvaru o rozměrech 7 mm x 3,95 mm x 15,65 mm, který byl opět ultrazvukově čištěn v lázni destilované vody po dobu 5 minut. Vyčištěný vzorek byl uchováván při teplotě  $-20^\circ\text{C}$ . Detail vzorku trabekulární kosti znázorňuje obr. 1(b), který byl pořízen pomocí mikroskopu při 120 násobném zvětšení.



(a)

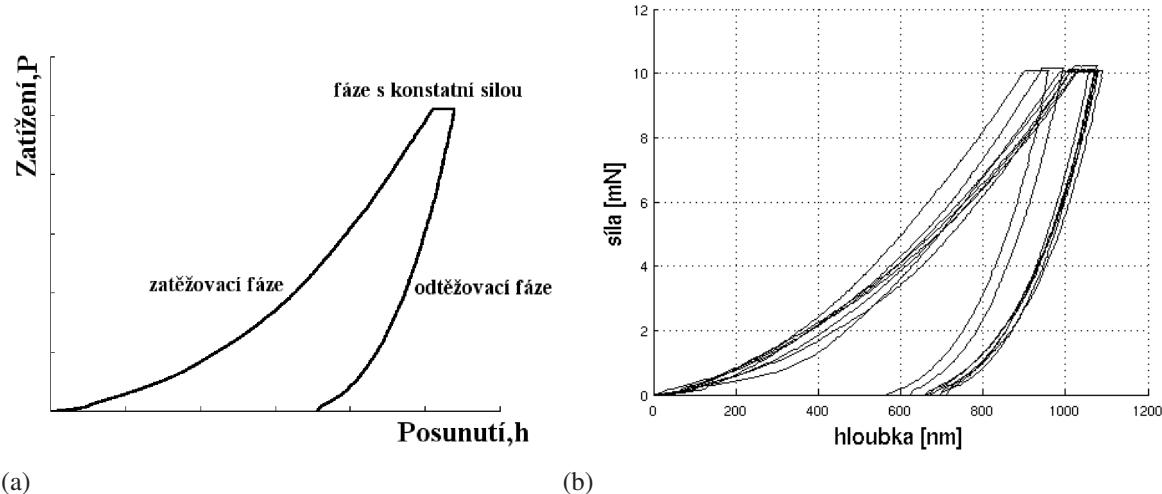


(b)

Obrázek 1: (a) Hlavice stehenní kosti, (b) Detail vzorku trabekulární kosti

### 2.2. Nanoindentace

Nanoindentace je experimentální metoda dovolující zkoumat elastické a plastické charakteristiky materiálu. Postata experimentu spočívá ve vnikání velmi přesného diamantového hrotu do předem vybraného místa povrchu zkoumaného materiálu. V průběhu experimentu je zaznamenávána křivka závislosti dosažené hloubky indentoru na velikosti aplikované síly. V první fázi experimentu dochází k zatěžování, kdy jsou na hrot definovanou rychlosťí aplikovány postupně přírůstky síly. Ve druhé fázi dochází k odlehčení, kdy se postupně snižuje síla působící na hrot až na nulovou hodnotu. Často se do experimentu zařazuje třetí fáze, při které je po stanovený časový interval působeno na vzorek maximální dosaženou hodnotou síly. Tato fáze s konstantním průběhem zatěžovací síly umožňuje zkoumat creepové vlastnosti zkoušeného materiálu. Typický průběh indentační křivky znázorňuje obr. 2(a).



Obrázek 2: (a) Průběh indentační křivky, (b) Experiment

Samotný experiment byl proveden pomocí přístroje Nanohardness Tester firmy CSM Instruments. Hrot pro indentaci je Berkovichova typu, geometricky se jedná o pravidelnou třístrannou pyramidu. Změna síly při experimentu byla v obou fázích stejná, 20 mN/min. Fáze držení maximální dosažené síly 10 mN trvala 10 s. Obr. 2(b) znázorňuje část výsledných indentačních křivek pro jednotlivé provedené vpichy. Celkem bylo provedeno 27 indentů vzorku trabekulární kosti. Pro určení Youngova modulu byla použita metoda Oliver-Pharr (1992), která vychází z průběhu křivky v odtěžovací fázi. Youngův modul lze vypočít pomocí:

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i} \quad (1)$$

kde Youngův modul a Poissonovo číslo diamantového indentoru je  $E_i = 1140$  GPa a  $\nu_i = 0.07$ . Redukovaný modul  $E_r$  lze vypočít pomocí:

$$E_r = \frac{\sqrt{\pi}}{2} \frac{S}{\sqrt{A}}, \quad S = \frac{dP}{dh} \quad (2)$$

kde  $A$  je známá plocha kontaktu a  $S$  představuje kontaktní tuhost, kterou reprezentuje sklon křivky v odtěžovací fázi. Youngův modul a Poissonovo číslo pro vzorek trabekulární kosti byly z experimentu stanoveny na  $E = 9.97$  GPa (se směrodatnou odchylkou 1.32) a  $\nu_i = 0.2$ .

### 3. Numerická analýza

#### 3.1. Materiálový model trabekulární kosti

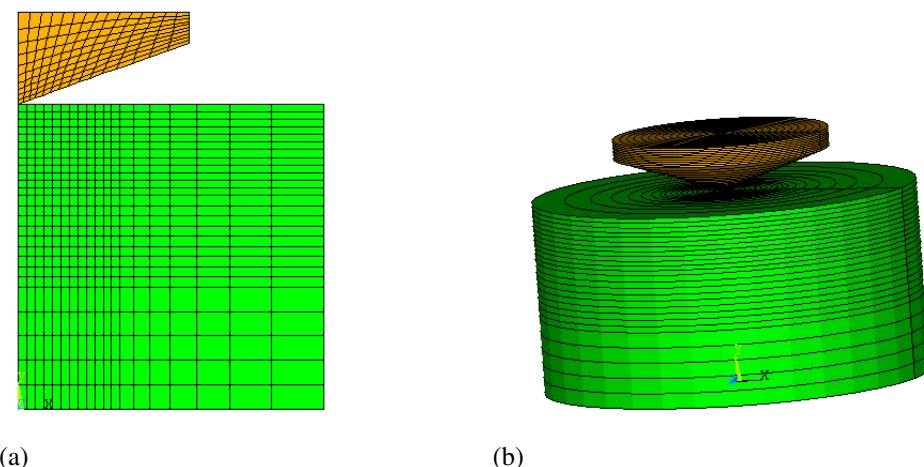
Pro simulaci deformačního chování trabekulární kosti pomocí metody konečných prvků je třeba znát materiálové vlastnosti na úrovni jedné trabekuly. Pro model trabekulární kosti byly použity dva elasto-plastické materiálové modely s rozdílnými modely plasticity. První model s von Misesovou podmínkou plasticity s bilineárním izotropním zpevněním (Verhulp, 2008), druhý model využíval Drucker-Pragerovo kriterium plasticity (DP).

Model s von Misesovou podmínkou plasticity vyžaduje mimo Poissonova čísla  $\nu$  už jen dva parametry, Youngův modul pružnosti v tahu  $E$  a mez plasticity  $\sigma_y$  (yield stress). Při použití bilineárního izotropního zpevnění je nutné specifikovat ještě další parametr, tangenciální modul  $E_{tan}$  (tangent modulus, post-yield modulus). Model dle Drucker-Pragera vyžaduje kromě  $E$  a  $\nu$  další tři materiálové konstanty. Jmenovitě se jedná o kohezi  $d$ , úhel vnitřního tření  $\beta$  a dilatační úhel  $\psi$ . Dilatační úhel souvisí se stupněm objemové změny během neelastické deformace a u numerických modelů se projevuje silná závislost vzdutí materiálu (pile-up) právě na tomto parametru. Vzdutí materiálu, ke kterému dochází při MKP simulacích na okrajích vpichu není při experimentálních zkouškách pozorováno (Mullins, 2008).

Hodnoty Youngova modulu pružnosti v tahu ( $E = 9.97 \text{ GPa}$ ) a Poissonova čísla ( $\nu_i = 0.2$ ) pro materiálový model trabekuly byly stanoveny z provedené nanoindentaci zkoušky. Ostatní materiálové konstanty  $\sigma_y$ ,  $E_{tan}$  (von Mises) a  $d$ ,  $\beta$ ,  $\psi$  (DP) zvolených elasto-plastických materiálových modelů lze určit pomocí srovnání indentačních křivek z experimentu a křivek, obdržených z MKP simulací.

### 3.2. MKP model

Pro potřeby MKP analýzy byl vytvořen rotačně symetrický kontaktní roviný model (obr. 3(a)) složený z celkového počtu 664 rovinných 8-uzlových kvadratických elementů. V modelu byl použit stejný typ plošných elementů jak pro model indentoru, tak pro model vzorku trabekuly. Třístranný pyramidový Berkovichův indentor použitý při experimentu byl v numerickém modelu modelován jako ekvivalentní kužel s vrcholovým úhlem  $\alpha = 70,3^\circ$ , obdobně jako v Zhang (2007). Model indentoru obsahuje 170 elementů a v místě kontaktu se vzorkem je pokryt kontaktními elementy. Materiál modelu indentoru je čistě elastický, se známou hodnotou Youngova modulu ( $E_i = 1140 \text{ GPa}$ ) a Poissonova čísla ( $\nu_i = 0.07$ ).



Obrázek 3: (a) Rovinný model, (b) Rozvinutý rovinný model

Model trabekulární kosti má rozměry  $10 \mu\text{m} \times 10 \mu\text{m}$  a je tvořen 494 kvadratickými elementy. V místě předpokládané penetrace indentoru do povrchu trabekuly je pokryt 3-uzlovými kontaktními elementy. Materiál elementů trabekulární kosti je elasto-plastický a byl podrobněji diskutován v 3.1.. Na obr. 3(b) je zobrazen vytvořený symetrický roviný model pro nanoindentaci rozvinutý do prostoru.

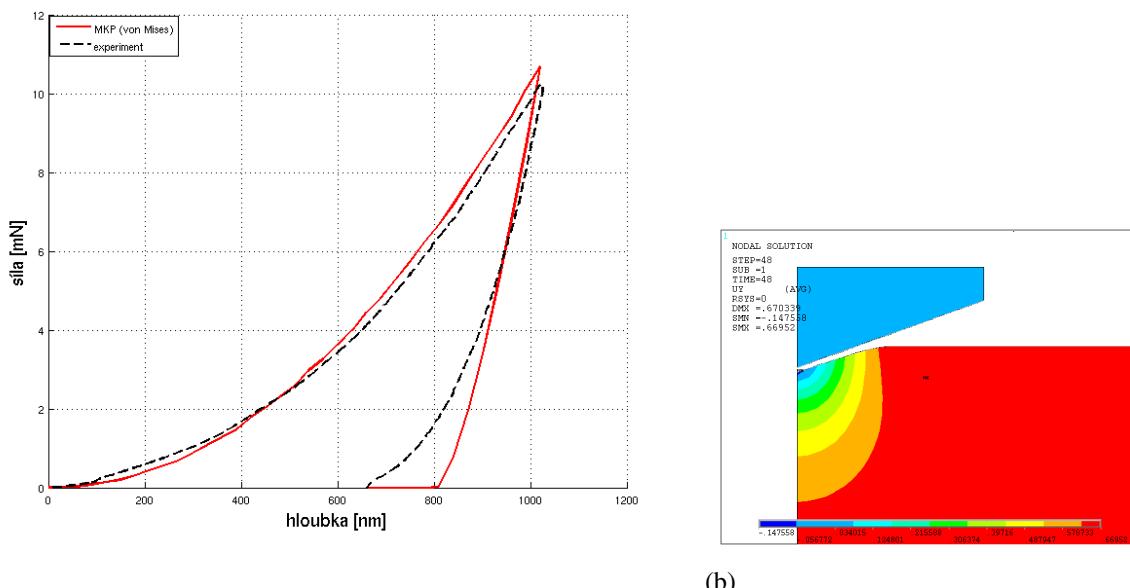
### 3.3. Simulace nanoindentační zkoušky

Simulace nanoindentačního zkoušky byla rozdělena do 48 zatěžovacích kroků a řízena pomocí deformace. Z důvodu lepší konvergence výpočtu byly voleny okrajové podmínky tak, aby hrot byl v simulaci nehybný a předepsané posunutí obstarával model trabekuly. Ten je tedy "narážen" na hrot indentoru (Madenci, 2006). Prováděný výpočet byl nelineární jak geometricky (velké deformace), tak materiálově.

## 4. Výsledky a závěr

Experimentálně zjištěný Youngův modul pružnosti se pro samostatnou trabekulu v literaturách (Rho, 1997), (Bayraktar, 2004) pohybuje v rozmezí 1-14 GPa. V Rho (1997) byl stanoven pro trabekulu z páteřního obratle jako průměr z měření na 13.4 GPa. V této prezentované práci provedený nanoindentační experiment stanovil průměrný Youngův modul pružnosti pro vzorek trabekuly na hodnotu  $E = 9.97$  GPa se směrodatnou odchylkou 1.32, což se shoduje s očekávaným rozmezím zjištěným z literatury. Stanovená hodnota Youngova modulu byla použita pro kalibraci numerických modelů trabekuly v provedených simulacích.

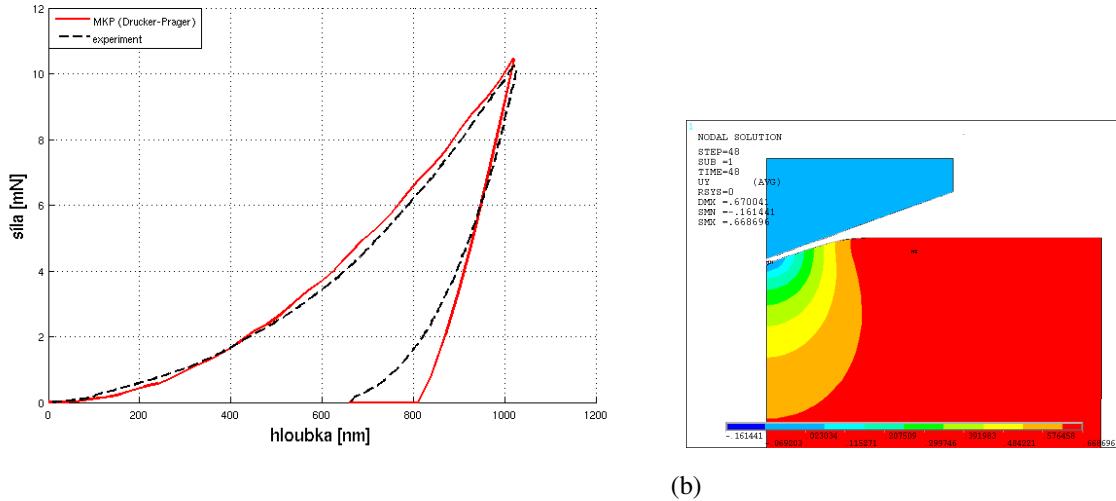
Pro model s von Mises podmínkou plasticity s bilineárním izotropním zpevněním bylo v numerických simulacích variováno s materiálovými konstantami  $\sigma_y$  a  $E_{tan}$ . V Bayraktar (2004) byl určen tangenciální modul ( $E_{tan}$ ) jako 1%-9% hodnota z Youngova modulu pružnosti a mezi plasticity  $\sigma_y$  ve stejné práci činila 95.6 MPa. Dle tohoto předpokladu by se měl tedy tangenciální



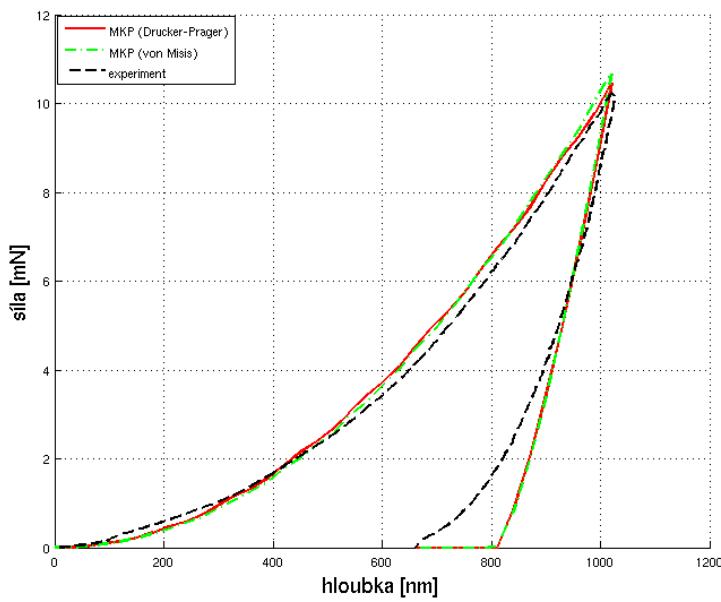
Obrázek 4: (a) Průběh indentační křivky, (b) Výsledná deformace a posunutí modelu s von Mises podmínkou plasticity s bilineárním izotropním zpevněním

modul pohybovat v rozmezí hodnot 99 MPa ÷ 897 MPa. Pro porovnání indentační křivky z experimentu s křivkami obdržených z MKP simulacích bylo použito kvadratické kritérium (metoda nejmenších čtverců). Nejlepší kombinace variovaných konstant tak musí minimalizovat výslednou hodnotu součtu čtverců odchylek, mezi srovnávanými křivkami. Kritérium určilo

za nejlepší výsledek kombinaci hodnot 131 MPa a 1100 MPa pro  $\sigma_y$ , respektive pro  $E_{tan}$ . Průběh indentační křivky pro nejlepší kombinaci hodnot  $\sigma_y$ ,  $E_{tan}$  zobrazuje obr. 4(a) a zároveň porovnává s průběhem křivky z experimentu. Na obr. 4(b) je vidět výsledná deformace a posunutí MKP modelu po odtěžovací fázi. Pro model s Drucker-Pragerovým kritériem plasticity bylo



Obrázek 5: (a) Průběh indentační křivky, (b) Výsledná deformace a posunutí modelu s Drucker-Pragerovým kritérium plasticity



Obrázek 6: Porovnání nejlepších výsledků obou modelů s výsledkem experimentu

v numerických simulacích variováno s materiálovými konstantami koheze  $d$ , úhlu vnitřního tření  $\beta$  a s dilatačním úhlem  $\psi$ . Vzrůstající hodnota dilatačního úhlu má dle Mullins (2008)

silný vliv na vzdutí materiálu a proto byl v práci těchto autorů ve všech simulacích roven nule. Předkládané práci byl však i tento parametr variován. V provedených simulacích nejlepší shodu s experimentem, dle kvadratického kritéria, vykazovala následují kombinace parametrů:  $d = 26 \text{ MPa}$ ,  $\beta = 30^\circ$  a  $\psi = 5^\circ$ . Průběh indentační křivky pro nejlepší kombinaci zobrazuje obr. 5(a) a zároveň ji porovnává s průběhem křivky z experimentu. Na obr. 5(b) je vidět výsledná deformace a posunutí MKP modelu po odtěžovací fázi. Porovnání nejlepších výsledku obou modelů s výsledkem experimentu zobrazuje obr. 6. Je patrné, že oba materiálové modely dávají velmi podobné výsledky a ani u jednoho modelu nebylo pozorováno vzdutí materiálu (Mullins, 2008). Nejlepší kombinace materiálových konstant pro oba modely zobrazuje tab. 1.

Tabulka 1: Nejlepší kombinace materiálových konstant

Model	$E \text{ [GPa]}$	$\nu$	$\sigma_\gamma \text{ [MPa]}$	$E_{tan} \text{ [MPa]}$	$d \text{ [MPa]}$	$\beta^\circ$	$\psi^\circ$
von Misis	9.97	0.2	131	1100	—	—	—
DP	9.97	0.2	—	—	26	30	5

## 5. Poděkování

Tato práce vznikla z laskavé podpory Grantové Agentury ČR (výzkumný projekt 103/07/P483), Grantové agentury Akademie Věd ČR (AV0Z20710524) a Ministerstva školství ČR (Výzkumný plán MSM 6840770003).

## 6. Literatura

- Mullins, L.P., Bruzzi, M.S., McHugh, P.E., 2008: Calibration of a constitutive model for the post-yield behaviour of cortical bone. *Journal of mechanical behaviour of biomedical materials.*, in press.
- Oliver, W.C., Pharr, G.M., 1992: An improved technique for a determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentations experiments. *Journal of Materials Research.*, vol. 7, 1564-1583.
- Zhang, J., Niebur, G.L., Ovaert, T.C., 2007: Mechanical property determination of bone through nano- and micro-indentation testing and finite element simulation. *Journal of Biomechanics.*, vol 41, 267-275.
- Madenci, E., Guven, I., 2006: The finite element method and applications in engineering using ansys. *Springer Science*, ISBN:978-0-387-28289-3.
- Verhulp, E., Rietbergen, van B., Müller, R. (Eds.), 2008: Indirect determination of trabecular bone effective tissue failure properties using micro-finite elements simulations. *Journal of Biomechanics.*, vol 41, 1479-1485.
- Rho, J., Tsui T.Y., Pharr, G.M., 1997: Elastic properties of human cortical and trabecular lamellar bone measured by nanoindentation. *Biomaterials.*, vol 18, 1325-1330.
- Bayraktar, H.H., Morgan E.F., Niebur, G.L. (Eds.), 2004: Comparasion of the elastic and yield properties of human femoral trabecular and cortical bone tissue. *Journal of Biomechanics.*, vol 37, 27-35.