

# WPŁYW STRUKTURY NA WŁAŚCIWOŚCI WYTRZYMAŁOŚCIOWE POROWATYCH SPIEKÓW ZE STALI IMPLANTACYJNEJ 316L

MAŁGORZATA GRĄDZKA-DAHLKE

POLITECHNIKA BIAŁOSTOCKA, WYDZIAŁ MECHANICZNY  
KATEDRA INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I TECHNOLOGII MASZYN  
UL. WIEJSKA 45C, 15-351 BIAŁYSTOK

*[Inżynieria Biomateriałów, 65-66, (2007), 17-19]*

## Wprowadzenie

W wyniku wieloletnich doświadczeń i badań w zakresie biomateriałów metalicznych zostały opracowane stopy implantacyjne o bardzo dobrej biotolerancji. Wysokie właściwości wytrzymałościowe oraz dobre odporność korozyjną stopów metali decydują o ich szerokim zastosowaniu w ortopedii.

Nadal jednak trwają badania nad uzyskaniem materiałów o cechach zbliżonych do właściwości zastępowanych tkanek. Jednym z perspektywicznych kierunków badań jest zastosowanie porowatych materiałów metalicznych do celów osteointegracji implantów [1,2]. Wielu autorów stwierdza, że wykorzystanie materiałów o odpowiedniej porowatości pozwala na uzyskanie biomechanicznego mocowania implantu przez wrastanie tkanki kostnej w porowatą strukturę. Dodatkową cechą wyróżniającą materiały porowate jest znacznie niższy w porównaniu z litym metalem moduł Younga, którego wartości mogą być zbliżone do właściwości kości. Zmniejszenie sztywności implantu zapewnia właściwy rozkład obciążeń w układzie implant-kość, co stwarza warunki do prawidłowej odbudowy kości i pozwala uniknąć problemów związanych z naprężeniami stycznymi podczas eksploatacji [3,4]. Spieki porowate mogą być wykorzystane również jako element pary tarcowej sztucznego stawu w charakterze łożyska samosmarnego, zapewniając minimalizację oporów ruchu i zużycie materiałów [5-7]. W ostatnich latach pojawił się szereg publikacji poświęconych badaniom porowatych materiałów metalicznych do zastosowań biomedycznych [8-12]. Wyniki wskazują, że właściwości tych materiałów zależą w głównej mierze od ich struktury.

Celem przedstawionej pracy były badania wpływu struktury porowatych spieków ze stali implantacyjnej 316L na ich właściwości mechaniczne.

## Materiały i metodyka badań

Badano materiały porowate, otrzymane z proszków stali implantacyjnej 316L (SANDVIK METNINOX STEEL LTD.) o ziarnistości 125-250 $\mu$ m oraz 250-350 $\mu$ m. Próbkę w kształcie walców o wymiarach  $\phi$ 6x10mm wykonano metodą metalurgii proszków (MP). Proces technologiczny obejmował wyżarzanie redukujące proszków w temperaturze 950°C w próżni, prasowanie na zimno i spiekanie w temperaturze 1230°C w próżni, w czasie 1 godziny. W celu otrzymania zróżnicowanej porowatości spieków zastosowano różne wartości ciśnienia prasowania: 200, 400 i 600 MPa.

Analizowano mikrostrukturę otrzymanych materiałów przy użyciu mikroskopu skaningowego HITACHI S-3000N z wykorzystaniem programu komputerowego do analizy obrazu Micrometer. Badania wytrzymałościowe prowadzono na uniwersalnej maszynie INSTRON 8505 ze sterowaniem 8800 Fast Track 2. Badania wykonano w warunkach statycznego ściskania osiowego. Prędkość obciążenia wynosiła 5mm/min.

# THE EFFECT OF STRUCTURE ON MECHANICAL PROPERTIES OF POROUS SINTERS MADE OF IMPLANT STEEL 316L

MAŁGORZATA GRĄDZKA-DAHLKE

BIAŁYSTOK TECHNICAL UNIVERSITY,  
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING  
CHAIR OF MATERIALS ENGINEERING AND MECHANICAL TECHNOLOGY  
WIEJSKA 45C STR., 15-351 BIAŁYSTOK

*[Engineering of Biomaterials, 65-66, (2007), 17-19]*

## Introduction

Implant alloys characterised by good biotolerance were developed as result of long-term experiences and research. High mechanical properties as well as good corrosion resistance determined their wide usage in orthopaedics. However, researches are still carried out in order to obtain materials with properties similar to replaced tissues.

One of the prospective direction is of investigations is usage of porous metallic materials for osseointegration [1,2]. Many authors reported fact that usage of materials with appropriate porosity allows to obtain mechanical fixation of implant without bone cement due to bone ingrowth into porous structure. Additional feature of porous materials is Young's modulus significantly lower than modulus of bulk metals, similar to bone. Decreasing of implant stiffness ensured proper stress distribution in the implant-bone system, hence created conditions to bone restoration and allowed to avoid the problems associated with stress shielding [3,4]. Porous metallic sinters also can be used as the element of tribological pair of artificial joint like the selflubricating bearing, which leads to minimise the resistance to motion and wear of materials [5-7]. A number of publication focused on metallic porous materials for biomedical usage appeared recently [8-12]. Results showed that properties of such materials are strongly dependent on their structure.

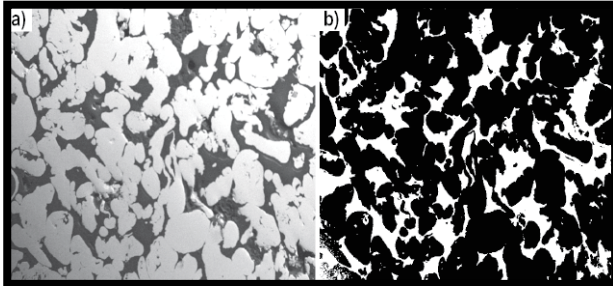
The aim of presented work was to investigate the influence of structure of porous sinters made of implant stainless steel 316L on their mechanical properties.

## Materials and methods

The porous materials were manufactured from the powders of 316L stainless steel with the particle size of 125-250 $\mu$ m and 250-350 $\mu$ m. Samples in shape of cylinder  $\phi$ 6x10mm were produced with the usage of powder metallurgy method. The technological process included the annealing in vacuum at 950°C, then cold compaction and sintering in vacuum at the temperature of 1230°C for 1h. In order to obtain sinters with different porosity various values of compaction pressure were used (200, 400, and 600 MPa).

The microstructure of produced sinters was studied by means of scanning electron microscope HITACHI S-3000N and measured using conventional image analysis techniques by computer program Micrometer. Mechanical properties were examined by the universal machine INSTRON 8505 with a computer-control 8800 Fast Track 2. The static tests were conducted during the axial compression with the deformation velocity of 5mm/min.

Na RYSUNKU 1 pokazano przykładowe struktury otrzymanych materiałów. Porowatość spieków oceniano metodą wagową. Jak widać (TABELA 1), parametr ten jest zależny przede wszystkim od ciśnienia prasowania. Wpływ wielkości ziarn proszku użytego do otrzymania spieków jest nieznaczny. Analiza ilościowa wielkości porów wskazuje, że w strukturze spieków zdecydowanie najwięcej jest porów małych, natomiast udział powierzchniowy porów jest zależny od porowatości materiału (RYS.2). W przypadku spieków o dużej porowatości (41%) dominującą rolę odgrywają pory największe. Wraz ze spadkiem porowatości zwiększa się udział powierzchniowy porów średnich.



RYS.1. Przykładowa mikrostruktura porowatego spieku ze stali 316L (SEM, 50x).

FIG.1. Exemplary microstructure of porous sinters of 316L steel (SEM, 50x):

a) SEM image; b) binary picture for analysis.

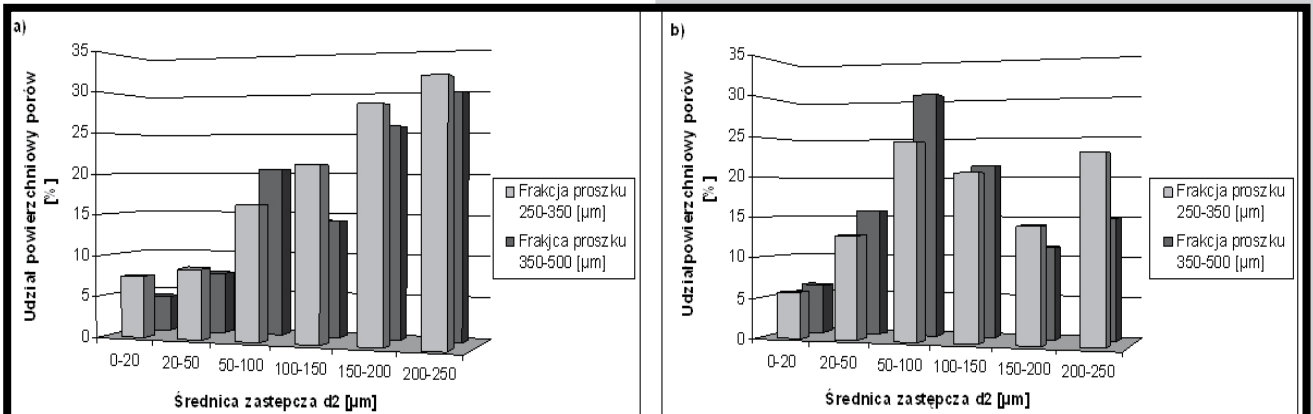
## Results and discussion

Exemplary microstructure of fabricated sinters was showed in FIG.1. Porosity of sinters was estimated by usage of gravimetric method. As it is visible (TABLE 1), this parameter is mainly dependent on compaction pressure. The influence of powder size was inessential. Quantitative analysis of the pore size distribution indicated largest number of small pores in the structures. However, surface fraction of pores is reliant on material porosity (FIG.2). In case of sinters with large porosity (41%) predominated big pores, while surface fraction of middle pores increased with decreasing of porosity.

Series	Powder size [μm]	Compaction pressure [MPa]	Porosity [%]	R <sub>c</sub>	R <sub>0,2</sub> [MPa]	Coefficient of elasticity [GPa]
F1	250-350	200	39,5	420	50	8,116
F2		400	30	500	70	11,336
F3		600	23,9	795	100	16,943
G1	350-500	200	41	465	50	7,902
G2		400	30,7	560	70	8,029
G3		600	24,2	750	110	8,282

TABELA 1. Wyniki badań właściwości mechanicznych porowatej stali 316L.

TABLE 1. Results of mechanical properties of porous steel 316L.



RYS.2. Powierzchniowy udział porów w spiekach o porowatości: a) 40%, b) 24%.

FIG.2. Surface fraction of pores in sinters with porosity of: a) 40%, b) 24%.

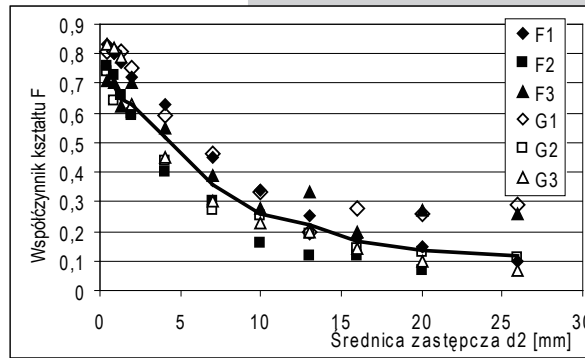
Kształt porów był oceniany za pomocą współczynnika kształtu  $F=4\pi AP^{-2}$ , gdzie A i P – odpowiednio pole powierzchni i obwód pora. Współczynnik  $F=1$  oznacza por dokładnie okrągły, natomiast im bardziej rozwinięta powierzchnia porów, tym niższa jest wartość F. Analiza kształtu porów wykazała analogiczny rozkład współczynnika kształtu, zależny praktycznie jedynie od wielkości porów (RYS.3). Przy czym małe pory miały bardziej sferyczny kształt. Wraz ze wzrostem wielkości pory stają się bardziej nieregularne. Wpływ wielkości ziarn proszku stali zarówno na rozkład porów jak też na ich wartości współczynnika kształtu był nieznaczny.

Podczas badań wytrzymałościowych w warunkach statycznego ściskania wszystkie spieki porowate wykazały dużą plastyczność. W całym badanym zakresie naprężeń nie zaobserwowano pęknięcia materiału.

The pore shape was qualitatively characterized using a shape form factor,  $F=4\pi AP^{-2}$ , where A and P are respectively the measured pore area perimeter. A shape form factor of one denotes a perfectly round pore, and values that approach zero correspond to increasingly irregular pores. The analysis showed similar distribution of shape form factor values for all investigated materials, dependent only on pore size (FIG.3). While the small pores were more spherical as result of sintering. With increasing pore size, the shape of the pores became increasingly irregular. The influence of powder size on pore distribution as well as pore shape was insignificant.

All the porous sinters were characterized by great plasticity during static compression tests. In the whole range of stress no fracture signs were observed. The investigation results are presented in TABLE 1: compression strength

W TABELI 1 przedstawiono wyniki pomiarów:  $R_c$  – maksymalną wytrzymałość, odpowiadającą wartości odkształcenia  $\epsilon=30\%$ , umowną granicę plastyczności  $R_{0,2}$  oraz współczynnik sprężystości wzdłużnej. Głównym parametrem decydującym o właściwościach mechanicznych spieków jest ciśnienie prasowania. Należy zwrócić uwagę na znaczny wzrost wytrzymałości na ściskanie  $R_c$  wraz ze spadkiem porowatości oraz dwukrotny wzrost umownej granicy plastyczności  $R_{0,2}$ . Wpływ frakcji proszków stali użytych do wykonania materiałów porowatych jest prawie nieistotny. Wyniki pokazują, że wielkości ziarn oraz kształt proszków wpływa natomiast na współczynnik sprężystości wzdłużnej spieków.



**RYS.3. Zależność współczynnika kształtu od wielkości porów.**  
**FIG.3. Pore shape factor as a function of pore size.**

$R_c$  corresponding to the strain value of  $\epsilon=30\%$ , yield strength  $R_{0,2}$  as well as coefficient of elasticity. The main determinant of mechanical resistance of sinters was compaction pressure. Decrease of porosity caused significant increasing compression strength and double increasing of yield strength  $R_{0,2}$ , whereas influence of powder size on sinters mechanical properties was inessential. Results showed that the powder size as well as its shape influenced on materials coefficient of elasticity.

## Wnioski

Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że podstawowym parametrem wpływającym na strukturę spieków jest ciśnienie prasowania. Właściwości wytrzymałościowe zależą w głównej mierze od porowatości materiałów, natomiast współczynnik sprężystości – od wielkości i kształtu ziarn proszków stali użytych do otrzymywania spieków porowatych.

## Podziękowania

Praca finansowana w ramach projektu KBN nr 3 T08D 050 26 oraz pracy W/WM/2/07.

## Conclusion

On the basis of obtained results, it can be concluded that the porous sinters made of stainless steel 316L characterized great ductility. The plastic strengthening of material was observed during compression. Subsequently, the coefficient of elasticity was keeping on a constant level. The phenomenon of the fatigue life decrease occurred during the fatigue tests. However, after certain strain cycles the  $\Delta\sigma_{max}$  value attained a constant level  $\sigma_n$ , which testified the fatigue stability of material in the examined range.

## Acknowledgements

The work was supported by the Polish State Committee of Scientific Research № 3 T08D 050 26 and W/WM/2/07.

## Piśmiennictwo

- [1] Ryan G., Pandit A., Apatsidid D.P.: Fabrication methods of porous metals for use in orthopaedic applications. *Biomaterials* 27, 2651-2670 (2006).
- [2] Levine B.R., Sporer S., Poggie R.A., Della Valle C.J., Jacobs J.J.: Experimental and clinical performance of porous tantalum in orthopedic surgery. *Biomaterials* 27, 4671-4681 (2006).
- [3] Takemoto M., Fujibayashi S., Neo M., Suzuki J., Kokubo T., Nakamura T.: Mechanical properties and osteoconductivity of porous bioactive titanium. *Biomaterials* 26, 6014-6023 (2005).
- [4] An Y.B., Lee.: Synthesis of porous titanium implants by environmental-electro-discharge-sintering process. *Materials Chemistry and Physics* 95, 242-247 (2006).
- [5] Grądzka-Dahlke M., Dąbrowski J.R.: The tribological study of porous 316L stainless steel for biomedical applications, *Proc. 15th International Colloquium Tribology "Automotive and Industrial Lubrication"*, Stuttgart/Ostfeldern, 2006.
- [6] Grądzka-Dahlke M., Dąbrowski J.R.: Charakterystyka spieków porowatych ze stali 316L na panewki endoprotez stawów. *Inżynieria Biomateriałów* 47-53, 43-45 (2005).

## References

- [7] Grądzka-Dahlke M., Dąbrowski J.R., Dąbrowski B.: Characteristic of the porous 316 stainless steel for the friction element of prosthetic joint. *16th International Conference on Wear of Materials*, Montreal, Canada, April 15-19, 2007
- [8] Nomura N., Kohama T., Oh I.H., Chiba A., Kanehira M., Sasaki K.: Mechanical properties of porous Ti-15Mo-5Zr-3Al compacts prepared by powder sintering. *Materials Science and Engineering C* 25, 330-335. (2005).
- [9] Chawla N., Deng X.: Microstructure and mechanical behaviour of porous sintered steels. *Materials Science and Engineering A* 390, 98-112 (2005).
- [10] Seah K.H.W., Thampuran R., Chen X., Teoh S.H.: A comparison between the corrosion behaviour of sintered and unsintered porous titanium. *Corrosion Science* 9, Vol. 37, 1333-1340 (1995)
- [11] Seah K.H.W., Thampuran R., Teoh S.H.: The influence of pore morphology on corrosion. *Corrosion Science* 4/5, Vol. 40, 547-556 (1998)
- [12] Grądzka-Dahlke M., Hościło B., Dąbrowski B., Dąbrowski J.R.: Badania właściwości wytrzymałościowych porowatej stali 316L w warunkach ściskania i niskocyklowego zmęczenia. *Inżynieria Biomateriałów* 58-60, R.9, 109-111 (2006).