

# ANALIZA WŁASNOŚCI UŻYTKOWYCH KOMPOZYTÓW 316L+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

AGATA DUDEK\*, IWONA PRZERADA

POLITECHNIKA CZĘSTOCHOWSKA,  
WYDZIAŁ INŻYNIERII PROCESOWEJ MATERIAŁOWEJ  
I FIZYKI STOSOWANEJ, INSTYTUT INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ,  
AL. ARMII KRAJOWEJ 19, 42–200 CZĘSTOCHOWA, POLSKA  
\*E-MAIL: DUDEK@WIP.PCZ.PL

## Streszczenie

Jednym ze sposobów zapewnienia odpowiednich własności użytkowych jest zastosowanie implantów kompozytowych, łączących wysokie własności wytrzymałościowe materiału metalicznego z biotolerancją materiałów ceramicznych. Celem pracy było wytworzenie oraz analiza własności kompozytów metalowo-ceramicznych wykonanych z mieszaniny proszków: stali austenitycznej (316LHD) oraz ceramicznego (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

**Słowa kluczowe:** kompozyty metaliczno-ceramiczne

[Inżynieria Biomateriałów, 122-123, (2013), 19-21]

## Wprowadzenie

W implantologii wykorzystuje się stale austenityczne, stopy tytanu, metale szlachetne, ceramika korundowa i cyrkonowa. Austenityczne stale odporne na korozję stanowią grupę tworzyw metalicznych, które zostały najwcześniej przystosowane do implantowania w organizmie ludzkim. Są jednak szczególnie narażone na zniszczenie wskutek procesów korozji naprężeniowej. Jest to związane z ich najniższą, spośród wszystkich stosowanych w medycynie biomateriałów metalicznych, odpornością na korozję elektrochemiczną w środowisku płynów ustrojowych oraz niższą niż np. dla stopów tytanu, skłonnością do samopasywacji. Najczęściej stosowaną stalą jest stal chromowo-niklowo-molibdenowa typu 316L. Ze względu na ciągły rozwój techniki, wzrosło zapotrzebowanie na niekonwencjonalne materiały, które sprostałyby ciągle wzrastającym potrzebom i wymaganiom.

Niniejszy artykuł pozostaje w nurcie zagadnień związanych z otrzymaniem nowych materiałów implantacyjnych, szczególnie przeznaczonych do zastosowań w chirurgii kostnej. Nowe możliwości wytworzenia materiałów o określonych własnościach wytrzymałościowych, z jednoczesną wysoką biokompatybilnością oraz odpornością na zużycie ściernie daje wykorzystanie metalurgii proszków w aspekcie wytworzenia kompozytów metaliczno-ceramicznych.

Wprowadzenie faz ceramicznych do fazy metalicznej może stanowić rozwiązanie problemu niedociągnięć i słabości poszczególnych składowych materiałowych, pozwalając tym samym na powstanie implantów o wysokich cechach biofunkcyjnych.

## Materiał do badań

Do badań wykorzystano:

- proszek ze stali austenitycznej gatunku AISI 316LHD o składzie chemicznym: 16.7%Cr, 12.3%Ni, 2.2%Mo, 0.9%Si, 0.1%Mn, 0.025%C, reszta Fe,
- proszek Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> o czystości 99,95%.

# ANALYSIS OF FUNCTIONAL PROPERTIES OF COMPOSITES 316L+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

AGATA DUDEK\*, IWONA PRZERADA

CZĘSTOCHOWA UNIVERSITY OF TECHNOLOGY,  
FACULTY OF PROCESSING AND MATERIAL ENGINEERING  
AND APPLIED PHYSICS, INSTITUTE FOR MATERIAL ENGINEERING,  
19 ARMII KRAJOWEJ AVE, 42 – 200 CZESTOCHOWA POLAND  
\*E-MAIL: DUDEK@WIP.PCZ.PL

## Abstract

One of the methods to ensure particular functional properties is to employ composite implants which combine improved mechanical properties of metallic materials and biocompatibility of ceramic materials.

The aim of this study was to develop and analyse properties of metallic/ceramic composites made of the mixture of powders: austenitic steel (316LHD) and ceramics (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>).

**Keywords:** metallic-ceramic composites  
[Engineering of Biomaterials, 122-123, (2013), 19-21]

## Introduction

The materials used in implantology include austenitic steels, titanium alloys, noble metals as well as corundum and zirconium ceramics. Austenitic corrosion-resistant steels represent a group of metallic materials which have been first adapted to implantation in human body. However, they are especially exposed to damage as a result of stress corrosion cracking. This fact is connected with the lowest (among all the metallic biomaterials used in medicine) resistance to electrochemical corrosion in the environment of body fluids and lower (than e.g. titanium alloys) ability of self-passivation. The most often used steel is chromium-nickel-molybdenum steel of 316L grade. Due to continuous development of technology, the demand for unconventional materials which would meet the ever-increasing needs and requirements has increased.

This paper is aimed at analysis of the problems connected with obtaining new implantation materials, particularly those used in bone surgeries. New opportunities of obtaining materials with particular strength properties and high biocompatibility and resistance to friction wear are offered by powder metallurgy in the aspect of obtaining metallic and ceramic composites.

Introduction of ceramic phases to metallic phases might represent the solution for the problem of faults and weaknesses of individual material components, thus allowing for creation of implants with high biofunctional properties [1,2].

## Research materials

The following materials were used in the study:

- powder of austenitic steel grade AISI 316LHD with chemical composition of 16.7%Cr, 12.3%Ni, 2.2%Mo, 0.9%Si, 0.1%Mn, 0.025%C and the remaining part being Fe,
- powder Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with purity of 99.95%.

The following mixtures of powders were prepared in the study: 90%+50% 316LHD+10%+50%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, of which the specimens for the test were formed. The process of sintering was carried out using the HP-HT method (High Pressure -

W ramach badań wykonano następujące zestawy proszków: 90%+50%316LHD+10+50%Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, z których uformowano próbki do badań. Proces spiekania został przeprowadzony metodą HP-HT (ang. High Pressure - High Temperature) na prasie D0044 wyposażonej w komorę wykościśnieniową typu Bridgmana, przy ciśnieniu 4.0 ±0.2 GPa, w temperaturze 1250°C, w czasie 60 s.

## Metodyka badań

Badanie porowatości zostało przeprowadzone na porozymetrze PoreMaster 33. Ocenę własności wytrzymałościowych zrealizowano metodą pomiaru twardości Brinella przy pomocy węgelnika z węgla spiekanego o średnicy 2,5 mm. Zastosowane obciążenie wynosiło 1839 N.

Badanie odporności na zużycie ściernie podczas tarcia suchego przeprowadzono na testerze T-05 wyprodukowanym przez Instytut Technologii Eksploatacji w Radomiu. Urządzenie współpracowało z elektronicznym układem rejestracji danych Spider 8 i oprogramowaniem Catman Express firmy Hottinger Baldwin Messtechnik. Parę trącą stanowiła jedna z powierzchni próbki oraz rolka wykonana ze stali łożyskowej 100Cr6 (ŁH15). Badanie zostało przeprowadzone przy następujących parametrach: obciążenie 23,5 N (2,4 kG), czas 2 godziny (4 cykle po 30 min), prędkość liniowa ślizgu 1 m/s, prędkość obrotowa wrzeciona 546 obr/min, droga tarcia 7,2 km (4x1,8 km). Miarą odporności na zużycie przez tarcie był ubytek masy po każdym cyklu testu. Pomiar ubytku masy mierzono na wadze analitycznej WPA 40/160/C/1 firmy Radwag.

## Wyniki badań

Proszek ceramiczny charakteryzował się sferycznym kształtem ziaren o średniej wielkości ziaren 45±5µm, natomiast proszek metaliczny stanowiły ziarna o kształcie dendrytycznym i wielkości 30±5 µm.

Wyniki badań porowatości zostały przedstawione w TABELI 1 a wielkości porów na RYS.1. Wyniki pomiarów twardości przedstawia TABELA 2.

Odporność na zużycie ściernie podczas tarcia suchego badanych kompozytów przedstawia RYS.2.

W przypadku próbki z 10% zawartością Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wykonane zostały tylko 3 cykle. Powodem zaniechania czwartego cyklu był bardzo duży ubytek masy po zrealizowanych trzech cyklach.

High Temperature) by means of a press D0044 equipped in high-pressure Bridgman chamber at a pressure of 4.0 ±0.2 GPa, temperature of 1250°C and time of 60 s.

## Methodology

Porosity was measured by means of porosimeter Pore-Master 33. Strength properties were evaluated using the method of Brinell hardness testing with the indenter made of cemented carbide with diameter of 2.5 mm. The load used was 1839 N.

Tests of the resistance to friction wear under conditions of dry friction were carried out with T-05 tester manufactured by the Institute for Sustainable Technologies in Radom, Poland. The device was coupled with an electronic system for data recording Spider 8 and Catman Express software by Hottinger Baldwin Messtechnik. The friction pair was represented by one of the surfaces of a specimen and a roll made of bearing steel 100Cr6 (ŁH15). The examinations were carried out for the following parameters: load 23.5 N (2.4 kG), time of 2 hours (4 cycles, 30 minutes each), linear sliding velocity: 1 m/s, rotational speed of the spindle: 546 rpm, friction distance 7.2 km (4x1.8 km). A measure of resistance to wear through friction was represented by the decrease in mass after each cycle of test. The decrease in mass was measured with analytical balance WPA 40/160/C/1 by Radwag.

## Results

The ceramic powder was characterized by spherical shape of grains with mean grain size of 45±5µm. The metallic powder was composed of the grains with dendritic shape and size of 30±5 µm.

The results of porosity examinations are presented in the TABLE 1, whereas FIGURE 1 illustrates pore size.

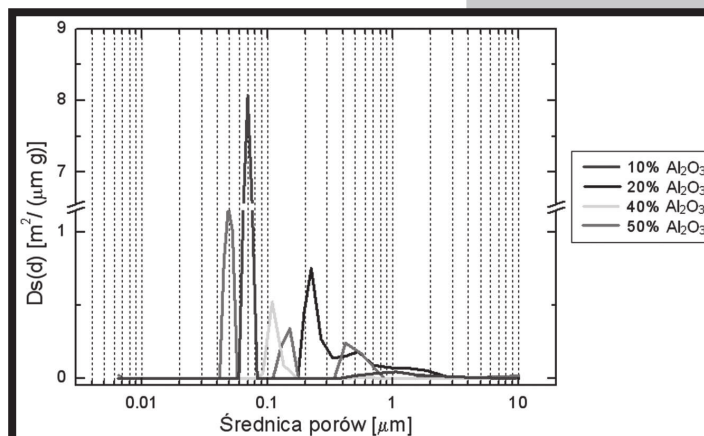
Results of the hardness measurements are presented in TABLE 2.

Resistance to friction wear during dry friction test for the composites studied is presented in FIG.2.

Only 3 cycles were made in the case of specimens with the content of 10% of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. The cause of not using the fourth cycle was very high decrease in mass after the first three cycles.

**TABELA 1. Zestawienie wyników porozymetrii rtęciowej**  
**TABLE 1. Results of mercury intrusion porosimetry**

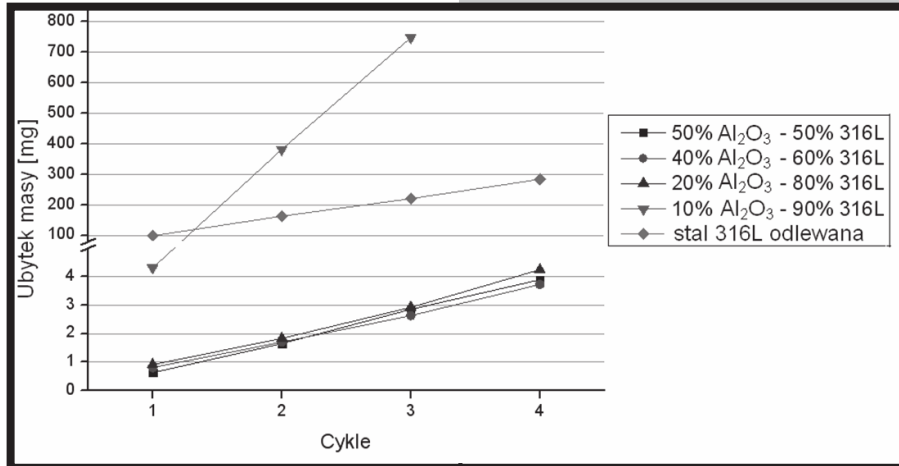
Material Material	Porowatość otwarta Open porosity [%]	Porowatość ziarnowa (na powierzchni ziarna) Grain porosity (on the grain surface) [%]
10%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +90%316L	5,12	0,78
20%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +80%316L	7,89	0,77
40%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +60%316L	13,35	6,19
50%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +50%316L	25,10	14,01



**RYS.1. Zestawienie dystrybuanty rozkładu powierzchni właściwej próbek**  
**FIG.1. Cumulative distribution function for the surface porosity of the specimens**

**TABELA 2. Zestawienie wyników pomiaru twardości metodą Brinella z zastosowaniem wglębnika z węgla spiekane o średnicy 2,5 mm i siły obciążającej 1839 N**  
**TABLE 2. Results of Brinell hardness test with the indenter made of cemented carbide with diameter of 2.5 mm and the loading force of 1839N**

Próbka Specimen	50%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 50%316L	40%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 60%316L	20%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 80%316L	10%Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> - 90%316L	Odlewana stal 316L Steel 316L
Twardość Hardness HBW 2.5/1839/10	447±18	382±10	284±6	223±4	223±4



**RYS.2. Ubytek masy próbek po kolejnych cyklach badania**  
**FIG.2. Decrease in specimen mass after individual cycles of the tests**

## Wnioski

Porównanie własności spieków ze stali austenitycznej z różnym dodatkiem fazy ceramicznej (korundu), ujawniło wpływ fazy Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> na porowatość oraz własności wytrzymałościowe wykonanych kompozytów metaliczno-ceramicznych. Wraz z ze wzrostem ilości dodatku fazy ceramicznej wzrasta twardość badanych kompozytów. Próbki zawierające 20, 40 i 50% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mają znacznie lepszą odporność na zużycie, aniżeli stal bez dodatku ceramiki. Próbka zawierająca 10% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> po pierwszym cyklu badania wykazała mniejszy ubytek masy niż w tych samych warunkach odlewana stal 316L. Jednakże, po drugim i trzecim cyklu ubytek masy był bardzo wysoki, wyższy niż dla stali 316L odlewanej. Ujawniono, że wraz z dodatkiem ceramiki do fazy metalicznej wzrasta porowatość otwarta (z 5,12% do 25,10%) oraz średnica porów w badanych kompozytach, co ma istotne znaczenie z punktu widzenia zastosowań w implantologii, ze względu na lepsze możliwości osteointegracji.

## Conclusions

Comparison of the properties of sinters of austenitic steel with different addition of the ceramic phase (corundum) revealed the effect of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> phase on porosity and strength properties of the obtained metallic-ceramic composites. The increase in the content of the ceramic phase causes the increase in the hardness of the composites studied. The specimens with the content of 20%, 40% and 50% of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> have considerably better resistance to wear compared to steel without addition of ceramics. The specimens containing 10% of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> after the first cycle of the test showed lower decrease in mass compared to steel 316L in the same conditions. However, after the second and the third cycle, the decrease in mass was very high (higher than in steel 316L). It was found that, with addition of ceramics to the metallic phase, open porosity increases (from 5.12% to 25.10%), similar to pore diameter in the composites studied, which is of essential importance from the standpoint of application in implantology due to the opportunities for more effective osseointegration.

## Piśmiennictwo

[1] Dudek A.: Kształtowanie własności użytkowych biomateriałów metalicznych i ceramicznych, Wydawnictwo Politechniki Częstochowskiej, Częstochowa 2010

## References

[2] Dudek A., Włodarczyk R. Composite 316L+Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> for Application in Medicine. Mater.Sci.Forum Vols.706-709 2012, s.643-648