

# BADANIA WŁAŚCIWOŚCI WYTRZYMAŁOŚCIOWYCH POROWATEJ STALI 316L W WARUNKACH ŚCISKANIA I NISKOCYKLOWEGO ZMĘCZENIA

MAŁGORZATA GRĄDZKA-DAHLKE, BOGUSŁAW HOŚCIŁO,  
BOGDAN DĄBROWSKI, JAN R. DĄBROWSKI

POLITECHNIKA BIAŁOSTOCKA W BIAŁYMSTOKU  
WYDZIAŁ MECHANICZNY

[*INŻYNIERIA BIOMATERIAŁÓW, 58-60, (2006), 109-111*]

## Wprowadzenie

Zapewnienie właściwej niezawodności endoprotez jest jednym z ważniejszych problemów stawianych przed projektantem. Biogodność, trwałość i wytrzymałość determinują wybór materiału konstrukcyjnego. Rozwój metalurgii proszków przyczynił się znacząco do wynalezienia materiałów o niespotykanych dotychczas cechach [1]. Pozwoliło to na coraz lepsze dopasowanie właściwości konstrukcyjnych do wymagań środowiska, w którym wykonany element będzie pracował. Od szeregu lat prowadzone są badania materiałów porowatych do zastosowań biomedycznych [1-3]. Dotyczy to głównie poprawy osteointegracji implantu z otaczającą tkanką kostną. Zapewnienie niezawodnego funkcjonowania obcego ciała w żywym organizmie wymaga uwzględnienia wpływu różnorodnych obciążeń zewnętrznych i odpowiedniej wytrzymałości. Wraz ze zmieniającym się w czasie obciążeniem zmieniają się także właściwości mechaniczne materiałów, w szczególności materiałów porowatych. Charakterystyczne właściwości statyczne ustępują miejsca bardziej istotnym cechom zmęczeniowym [4,5]. W opracowaniu podjęto próbę określenia charakteru zmian zmęczeniowych zachodzących pod wpływem obciążeń cyklicznych w porowatych spiekach ze stali 316L, przeznaczonych na elementy trące sztucznych stawów [6]. Obszar badań ograniczono do zakresu niskocyklowego, gdzie dominują istotne zjawiska plastyczne. Ma to związek z wartościami sił rzeczywistych działających na element oraz faktem, iż wiele z zależności określonych teoretycznie oraz doświadczalnie dla obszaru wytrzymałości niskocyklowej można przystosować do obliczeń wytrzymałości wysokocyklowej, a tym samym do szacowania trwałości nieograniczonej [7].

## Materiały i metodyka badań

Badano materiały porowate, otrzymane z proszków stali implantacyjnej 316L (SANDVIK METNINOX STEEL LTD.) o ziarnistości 125-250 $\mu$ m. Próbki w kształcie walców o wymiarach  $\phi$ 6x10mm wykonano metodą metalurgii proszków (MP). Proces technologiczny obejmował wyżarzanie redukujące proszków w temperaturze 950° w próżni, prasowanie na zimno (ciśnienie prasowania 400MPa) i spiekanie w temperaturze 1150°C w próżni, w czasie 1 godziny. Otrzymano spieki o porowatości ok. 33%. Na RYS. 1 przedstawiono strukturę spieku.

Badania wytrzymałościowe prowadzono na uniwersalnej maszynie INSTRON 8502 ze sterowaniem 8800 Fast Track 2. Badania statyczne wykonano w warunkach statycznego ściskania osiowego. Prędkość obciążenia wynosiła 0,1mm/s. W celu określenia charakteru zmian zmęczeniowych walco-

# RESEARCH OF MECHANICAL PROPERTIES OF POROUS 316L STEEL UNDER COMPRESSION AND LOW-CYCLE FATIGUE TESTS

MAŁGORZATA GRĄDZKA-DAHLKE, BOGUSŁAW HOŚCIŁO,  
BOGDAN DĄBROWSKI, JAN R. DĄBROWSKI

BIAŁYSTOK TECHNICAL UNIVERSITY, BIAŁYSTOK  
FACULTY OF MECHANICAL ENGINEERING

[*ENGINEERING OF BIOMATERIALS, 58-60, (2006), 109-111*]

## Introduction

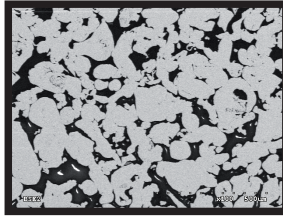
The assurance of high reliability required from implants is one of the most important problems faced by the designers. The choice of material is determined by durability, biocompatibility, and mechanical resistance. The development of powder metallurgy methods caused the invention of new materials with favourable features [1]. It allowed to adapt the structural properties to demands of working environment. In biomedical applications the concept of using porous materials has been investigated for several years [2,3]. Researches have concerned mainly the problem of fixation of implants to the bone host. The assurance of reliable work of the implant demands considering both an appropriate resistance as well as a regard to the effects of varied exterior loads. The mechanical properties of materials, especially porous, are changing accordingly to the load variations during the time. The complex fatigue processes occur in material as a result of variable compressive loads, affecting the implant [4,5].

The presented paper has attempted to evaluate the character of fatigue changes in porous material properties appearing as result of cyclic load. The porous sinters are developed for friction pair of acetabular cup of hip joint endoprostheses [6]. The research area was limited to the low-cycle range, where the plastic strains predominate. It is connected with real load values affecting the elements of endoprostheses. Additionally, many relationships estimated theoretically as well as experimentally under conditions of low-cycle fatigue can be adapted to calculation of high-cyclic resistance and to evaluate the non-limited durability [7].

## Materials and methods

The porous materials were manufactured from the powders of 316L stainless steel with the particle size of 125÷250 $\mu$ 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 at the pressure of 400MPa and sintering in vacuum at the temperature of 1150°C for 1 h. The sinters with porosity of about 33% were obtained. The structure of examined material is shown in FIG. 1.

Mechanical properties were examined by the universal machine INSTRON 8502 with a computer-control 8800 Fast Track 2. The static tests were conducted during the axial compression with the deformation velocity of 0.1mm/s. The fatigue tests were carried out under the fully reversed strain controlled mode. The frequency of cycles was 0.2Hz. The schematic diagram of realized strain is presented in FIG. 2.



RYS.1. Mikrostruktura porowatego spieku ze stali 316L.  
FIG.1. Microstructure of porous sinters of 316L steel.

we próbki poddano cyklicznie zmiennym odzerowotężniącym odkształceniom o stałej wartości  $\Delta\epsilon_{max}$ . Częstotliwość cykli wynosiła 10Hz. Na RYS. 2 przedstawiono schemat obciążeń realizowanych podczas badań zmęczeniowych.

## Wyniki badań i dyskusja

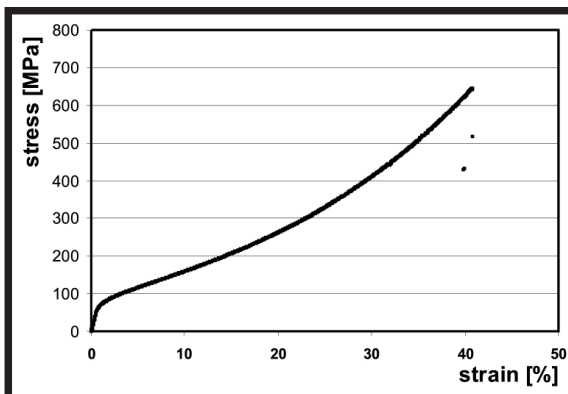
Jak widać z wykresu zależności naprężeń i odkształceń podczas statycznego ściskania, spieki porowate wykazują właściwości plastyczne (RYS.2). W całym przyjętym zakresie obciążeń (do 40% odkształcenia względnego) następowało plastyczne odkształcenie materiału bez oznak pęknięcia. Dlatego określono jedynie wartość umownej granicy plastyczności  $R_{0,2}$  oraz wartość wytrzymałości na ściskanie  $R_c$  przy odkształceniu względnym równym 40% (TABL.1). Przeprowadzono również próbę statycznego ściskania przy kilkakrotnym odciążeniu i ponownym obciążeniu próbki.

Porowatość [%]	$R_{0,2}$ [MPa]	$R_c$ max ( $\epsilon=40\%$ ) [MPa]	$\sigma/\epsilon$ [MPa]
33	66	612	12.904

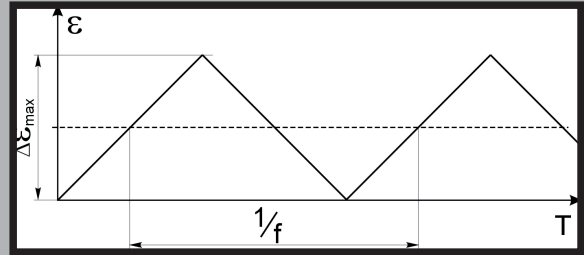
TABELA 1. Wyniki badań statycznych porowatej stali 316L.  
TABLE 1. Results of static tests of porous steel 316L.

Wraz ze zmieniającym się w czasie obciążeniem zmieniają się także właściwości mechaniczne materiałów, w szczególności materiałów porowatych. Przykładowe zmiany charakteru odkształcenia uwidoczniło na wykresie statycznego ściskania prowadzonego z kilkakrotnym odciążaniem i ponownym obciążaniem próbki (RYS.4.).

Odcinek AB przedstawia cechy liniowego wzmocnienia plastycznego. Natomiast odcinek CD świadczy o cechach sprężystych materiału. Przy następnych cyklach obciążenia współczynnik sprężystości zachowywał podobną wartość,



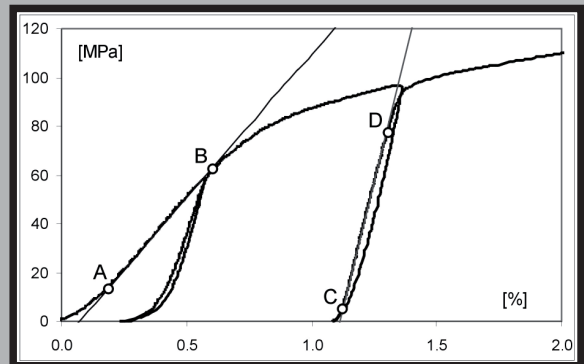
RYS.3. Zależność naprężeń i odkształceń podczas ściskania statycznego porowatej stali 316L.  
FIG.3. Stress-strain curve under static compression of porous steel 316L.



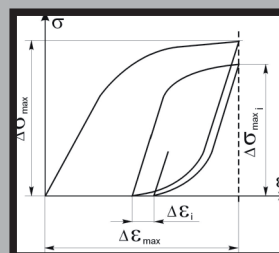
RYS.2. Schemat realizowanych odkształceń zmęczeniowych.  
FIG.2. Schematic diagram of realized fatigue strain.

## Results and discussion

The stress-strain dependence acquired during static compression proved good plastic properties of porous sinters (FIG.3). In the whole accepted range of load (up to 40% of relative strain), plastic deformation of material ensued without any signs of cracking. It allowed to define only the value of yield strength  $R_{0,2}$  as well as the compression strength  $R_c$  corresponding to the strain range of 40% (TABLE 1). The variable loads caused changes in mechanical properties of materials, especially porous. Exemplary changes of strain character are readily seen on the graph of static compression performed with repeated unloading and reloading (FIG.4). The AB segment presented the features of linear plastic strengthening of porous material. However, the CD segment testified the elastic properties. The coefficient of elasticity was keeping on a constant level during the following strain cycles, which means that the plastic strengthening of sintered material occurred during onset of compression. The complex fatigue processes took place in porous material as result of variable loads. The typical static characteristics gave in the fatigue features. In order to further quantify the damage evolution during fatigue of the porous



RYS.4. Wykres naprężenie-odkształcenie porowatego spieku ze stali 316L przy kilkakrotnym cyklu obciążenia próbki.  
FIG.4. Stress-strain curve of porous sintered 316L steel during repeated load.



RYS.5. Schemat pętli histerezy ze stałą amplitudą odkształcenia.  
FIG.5. Pattern of hysteresis loops evolution with the constant strain amplitude.

co oznacza, że podczas pierwszego cyklu nastąpiło umocnienie plastyczne porowatego spieku. W wyniku działających na próbkę zmiennych w czasie obciążeń ściskających w materiale zachodzą złożone procesy zmęczenia. Charakterystyczne właściwości statyczne ustępują miejsca bardziej istotnym cechom zmęczeniowym. W celu określenia zachowania porowatego spieku w warunkach obciążeń dynamicznych, przeprowadzono niskocyklowe badania zmęczeniowe przy stałej wartości odkształcenia  $\Delta\epsilon_{max}$  (RYS.5). Na podstawie zarejestrowanych zmian sił odpowiadających odkształceniom w poszczególnych cyklach sporządzono wykresy  $\Delta\sigma_{max}=f(N)$ . Jak widać na RYSUNKU 6, wartości  $\Delta\sigma_{max}$  maleją aż do ustalenia się na poziomie nasycenia  $\sigma_n$ , co wskazuje na istnienie zjawiska cyklicznego osłabienia materiału. Osiągnięcie nasycenia i utrzymywanie się poziomego przebiegu krzywej dowodzi stabilności zmęczeniowej materiału w badanym obszarze. Poziom naprężenia nasycenia istotnie zależy od wartości przyjętego odkształcenia (TABELA.2).

Nr próby	$\Delta\epsilon_{max}$ [%]	f [Hz]	N	$\sigma_n$ [MPa]
1	0,66	0,2	1000	36,8
2	0,86			53,5

**TABELA 2. Wyniki badań zmęczeniowych porowatej stali 316L.**  
**TABLE 2. Results of fatigue tests of porous steel 316L.**

## Wnioski

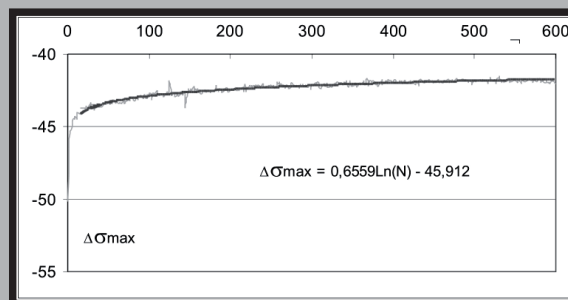
Na podstawie uzyskanych wyników można stwierdzić, że spieki porowate ze stali implantacyjnej 316L charakteryzują się dużą plastycznością. Podczas próby ściskania w pierwszym cyklu zaobserwowano umocnienie plastyczne materiału, następnie współczynnik sprężystości utrzymywał się na stałym poziomie. Podczas badań zmęczeniowych następuje zjawisko cyklicznego osłabienia materiału. Jednak po określonej liczbie cykli wartość  $\Delta\sigma_{max}$  osiąga poziom nasycenia, co dowodzi stabilności zmęczeniowej porowatego spieku w badanym obszarze odkształceń.

## Podziękowania

Praca finansowana przez Ministra Nauki i Szkolnictwa Wyższego w ramach projektu KBN nr 3 T08D 050 26.

## Piśmiennictwo

- [1] Ryan G., Pandit A., Aptsidid D.P.: Fabrication methods of porous metals for use in orthopaedic applications. *Biomaterials* 27, 2651-2670 (2006).
- [2] 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).
- [3] Chawla N., Deng X.: Microstructure and mechanical behaviour of porous sintered steels. *Materials Science and Engineering A* 390, 98-112 (2005).



**RYS. 6. Zmiana zależności  $\Delta\sigma_{max}=f(N)$  podczas badań zmęczeniowych porowatej stali 316L**  
**FIG.6. Changes of dependence  $\Delta\sigma_{max}=f(N)$  during fatigue tests of porous steel 316L**

steel, stress-strain hysteresis experiments were conducted with the constant strain amplitude  $\Delta\epsilon_{max}$  (FIG.5).

The graphs  $\Delta\sigma_{max}=f(N)$  were prepared on the basis of measured loads according to the determined strain range during particular cycle. As the number of cycles increased the decrease of stress range was observed during certain amount of cycles, which implied the phenomenon of the fatigue life decrease (FIG.6). Then the  $\Delta\sigma_{max}$  value stabilized and was keeping at a constant level  $\sigma_n$ . This phase of curve testified the fatigue stability of material in the examined range. The  $\sigma_n$  was estimated for two levels of  $\Delta\epsilon_{max}$ . It is readily seen the significant effect of the strain range on the  $\sigma_n$  values (TABLE 2).

## 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 Ministry of Science and Higher Education. Project № 3 T08D 050 26.

## References

- [4] Teoh S.H.: Fatigue in biomaterials: a review. *International Journal of Fatigue* 22, 825-837 (2000).
- [5] Palissery V., Taylor M., Browne M.: Fatigue characterisation of a polymer foam to use as a cancellous bone analog material in the assessment of orthopaedic devices. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 15, 61-67 (2004).
- [6] Gradzka-Dahlke M., Dabrowski J.R.: Charakterystyka spieków porowatych ze stali 316L na panewki endoprotez stawów. *Inżynieria Biomateriałów* 47-53, 43-45 (2005).
- [7] Kocanda S., Kocanda A.: Niskocyklowa wytrzymałość zmęczeniowa metali, PWN, Warszawa, 1989.