

## CARACTERIZACIÓN DEL ACERO INOXIDABLE DÚPLEX PARA SU POSIBLE USO COMO BIOMATERIAL

R. Gregorutti<sup>a</sup>, J.E. Grau<sup>a</sup>, J. Desimoni<sup>b</sup>, C.I. Elsner<sup>c</sup>

<sup>a</sup>LEMIT: Laboratorio de Entrenamiento Multidisciplinario para la Investigación Tecnológica (CIC), La Plata, Argentina.

<sup>b</sup>Departamento de Física, Facultad de Ciencias Exactas, Universidad Nacional de La Plata, Instituto de Física La Plata – CONICET, La Plata, Argentina.

<sup>c</sup>CIDEPINT: Centro de Investigación y Desarrollo en Tecnología de Pinturas (CIC-CONICET). La Plata, Argentina.

R. Gregorutti, [metalurgia@lemit.gov.ar](mailto:metalurgia@lemit.gov.ar)

**Palabras claves:** Biomateriales, acero inoxidable dúplex, propiedades.

### RESUMEN

*En el presente trabajo se presenta un estudio de las propiedades mecánicas y magnéticas y de la susceptibilidad a la corrosión localizada del acero inoxidable dúplex, de modo de evaluar su posible uso como biomaterial. Los resultados se compararon con los obtenidos para el acero inoxidable austenítico AISI 316L, habitualmente usado para elaborar implantes quirúrgico.*

*Desde los puntos de vista mecánico y electroquímico, se observó que el acero inoxidable dúplex posee una mayor resistencia a la tracción y una menor susceptibilidad a la corrosión localizada respecto al acero inoxidable AISI 316L. Por otro lado, las curvas de histéresis mostraron el mayor carácter magnético del acero inoxidable dúplex, como consecuencia del alto porcentaje de ferrita que conforma su microestructura.*

### 1. INTRODUCCIÓN

El acero inoxidable austenítico AISI 316L es uno de los materiales más usado para confeccionar piezas tales como prótesis de cadera, rodilla y placas de fijación ósea, debido a su aceptable biocompatibilidad, sus propiedades físicas y su menor costo respecto de las aleaciones de Ti y Co-Cr-Mo. No obstante ello, este material es susceptible a sufrir procesos de corrosión localizada tales como, corrosión por picado, por crevice y a la corrosión bajo tensión. Como consecuencia de la posible degradación química de una pieza implantada se pueden producir fenómenos adversos tales como el deterioro de las propiedades mecánicas y la liberación de iones metálicos como el Ni, que pueden depositarse en distintos órganos del cuerpo y producir reacciones sistémico – tóxicas [1].

El acero inoxidable dúplex también ha sido propuesto como biomaterial debido a la combinación de su alta resistencia mecánica y su elevada resistencia a la corrosión en medios que contienen iones cloruros. En la bibliografía se han reportado diversos trabajos sobre el uso de este material en aplicaciones ortopédicas, incluyendo además estudios de biocompatibilidad *in vitro* [2-5].

En el presente trabajo se presentan los resultados del estudio de las propiedades mecánicas, magnéticas y electroquímicas del acero inoxidable dúplex mediante ensayos de tracción y dureza, curvas de histéresis magnéticas y curvas de polarización potenciodinámicas, respectivamente. Los resultados fueron comparados con los obtenidos para el acero inoxidable austenítico AISI 316L.

## 2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Los aceros inoxidable dúplex y AISI 316L analizados en el presente trabajo se obtuvieron por colada mediante el método de cera perdida o Investment Casting, habitualmente usado para fabricar implantes quirúrgicos. La composición química de ambos aceros se detalla en la Tabla 1.

**Tabla 1.** Composición química de los aceros inoxidable 316L y Dúplex, (% en peso).

Acero	C	Cr	Ni	Mo	Si	Mn	N
AISI 316L	0,04	18,09	12,46	2,02	0,49	0,9	-
Dúplex	0,03	25,22	7,07	4,10	1,0	0,78	0,30

Las microestructuras fueron caracterizadas mediante microscopía óptica. Los porcentajes de fases presentes se determinaron por espectroscopia Mössbauer, cuyos espectros fueron obtenidos en geometría de retrodispersión, usándose una fuente radioactiva de 10 mCi de  $^{57}\text{CoRh}$ . Las propiedades mecánicas fueron evaluadas mediante ensayos de tracción, con probetas de 6,25 mm de diámetro, según la Norma ASTM E8, mientras que los ensayos de dureza se realizaron mediante el procedimiento Vickers con carga de 30 Kg. La susceptibilidad a la corrosión localizada fue evaluada mediante ensayos de polarización cíclica. Los mismos se realizaron con barridos entre un potencial inicial de -0.1V versus el potencial de circuito abierto (Eca) y un potencial de inversión del barrido de 0,3 V respecto del Eca, o el potencial correspondiente a una corriente máxima de 30  $\mu\text{A}$ . La velocidad de barrido fue de 0,167 mV/s. La celda se conformó con el electrodo de trabajo como ánodo, el electrodo de calomel saturado como referencia y contraelectrodo de platino. Para simular las condiciones del entorno humano se trabajó con una solución acuosa 0,9 % de NaCl a 37°C y pH entre 7,1 y 7,4. Las curvas de histéresis magnéticas se obtuvieron mediante un magnetómetro Lake Shore 7404, con campos entre -10.000 y 10.000 Gauss. La magnetización de saturación se determinó sustrayendo la contribución de la susceptibilidad de alto campo. El acero inoxidable 316L fue sometido a un tratamiento térmico de solubilizado a 1080°C durante 2 h y enfriamiento con agua, de modo de disolver la fase ferrita- $\delta$  presente en la estructura de colada (“as cast”). En el caso del acero dúplex se realizó un solubilizado escalonado a 1120°C durante 30 minutos, luego a 1045°C durante 30 minutos y posterior enfriamiento en agua para disolver fases tales como  $\sigma$ ,  $\chi$ ,  $\alpha'$  y carburos que pueden ocasionar la fragilización del acero y la disminución de su resistencia a la corrosión [6].

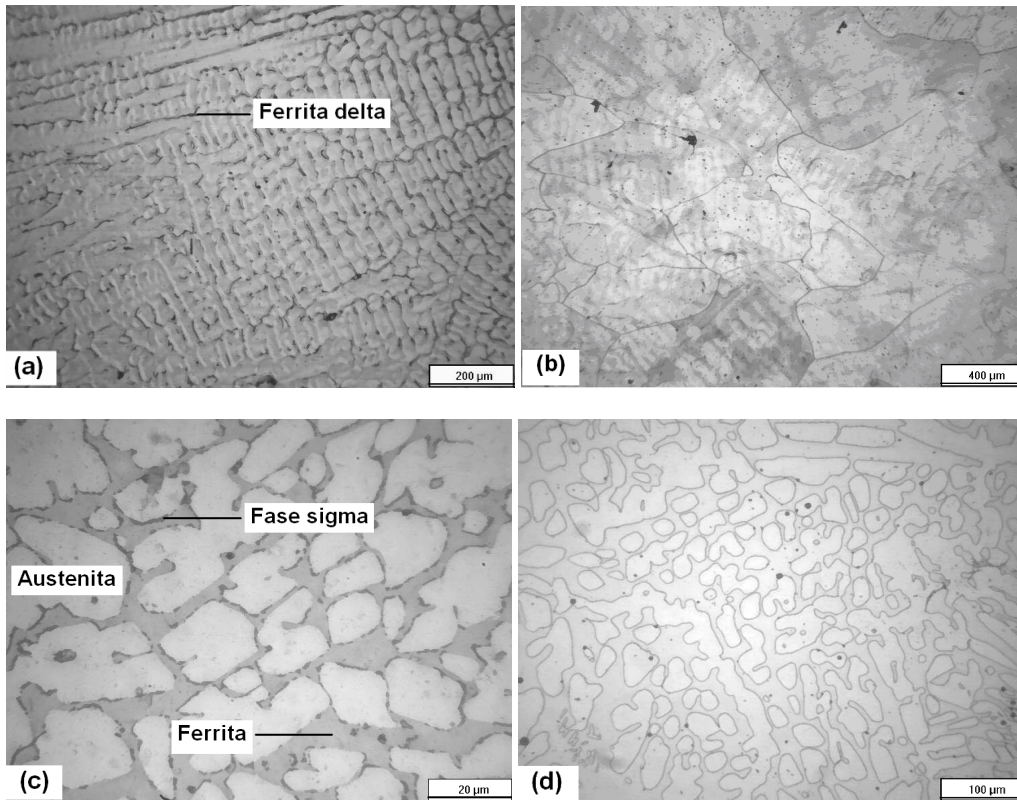
## 3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

### 3.1 Análisis microestructural

Las fases presentes en los aceros inoxidable dependen del balance entre los elementos estabilizadores de ferrita (Cr, Mo y Si) y los estabilizadores de austenita (Ni y N). El acero AISI 316L se caracteriza por su estructura austenítica debido a su porcentaje de Ni. En la Figura 1(a) se observa la microestructura (“as cast”) obtenida en este acero, consistente en dendritas de austenita, como consecuencia de los subenfriamientos térmico y constitucional producidos durante la solidificación, que inestabilizan la intercara sólido/líquido. En la microestructura también se observa la presencia de la fase ferrita- $\delta$  en los espacios interdendríticos, debido a la segregación de Cr en estas regiones últimas en solidificar. La Figura 1(b) exhibe la microestructura del mismo acero después del tratamiento térmico de solubilizado, mediante el cual se disolvieron la ferrita- $\delta$  y la estructura dendrítica, observándose las celdas de solidificación de la austenita.

La microestructura del acero inoxidable dúplex está compuesta por porcentajes similares de austenita y ferrita, como se aprecia en las Figuras 1(c) y (d). Esta estructura dual se debe a los mayores porcentajes de Cr, Mo y Si presentes en este acero y al menor porcentaje de Ni respecto del AISI 316L. En la muestra “as cast”, ilustrada en la Figura 1(c), se observa además la fase sigma precipitada en la interfase entre la austenita y la ferrita. La fase sigma FeCr (42,7 a 48,2% de Cr), formada entre 830 y 470°C y se encuentra presente a temperatura ambiente debido a las condiciones de enfriamiento fuera de equilibrio durante la solidificación, es una fase no deseada debido a que reduce la tenacidad del acero [7,8]. En la Figura 1(d) se observa la microestructura del acero dúplex después del tratamiento térmico de solubilizado, realizado para

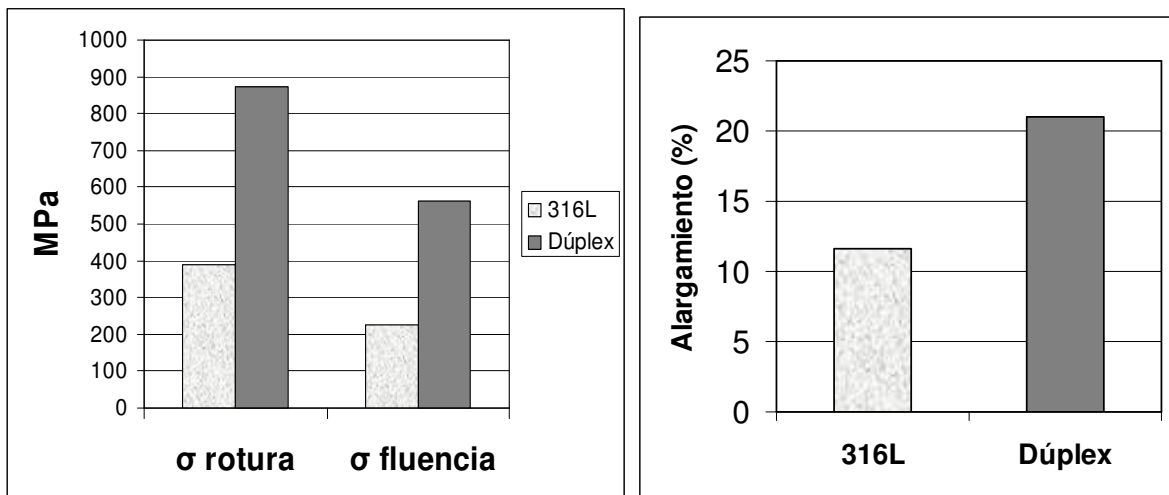
eliminar esta fase. La cuantificación de los porcentajes de ferrita y austenita se realizó mediante espectroscopia Mössbauer, revelando la siguiente relación de fases: 57% de austenita y 43% de ferrita.



**Figura 1.** (a) AISI 316L “as cast”, (b) AISI 316L solubilizado, (c) Dúplex “as cast”. y (d) Dúplex solubilizado.

### 3.2 Propiedades mecánicas

Los resultados de los ensayos de tracción se ilustran en la Figura 2, donde se observa que tanto la resistencia a la rotura cuanto la tensión de fluencia fueron notablemente mayores en el acero inoxidable dúplex, así como también el alargamiento. Estos resultados corresponden a muestras solubilizadas.



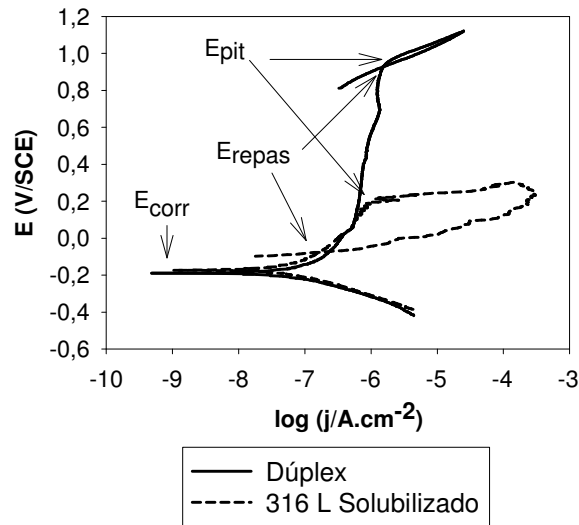
**Figura 2.** Propiedades mecánicas de los aceros analizados.

La mayor resistencia mecánica del acero inoxidable dúplex respecto del AISI 316L está dada por el mayor contenido de Cr y por el contenido de N. Al mismo tiempo, la dureza del acero dúplex fue superior a la del 316L, siendo los valores en Vickers de 282,5 y 148,3, respectivamente.

### 3.3 Susceptibilidad a la corrosión localizada

El ensayo de polarización cíclica permite evaluar los potenciales de ruptura de la película pasivante ( $E_{pit}$ ) y el potencial de protección o repasivación ( $E_{repas}$ ), al tiempo que también se puede determinar el potencial de corrosión ( $E_{corr}$ ). El  $E_{pit}$  es el potencial a partir del cual la corriente anódica se incrementa considerablemente, indicando el inicio del picado. Por otro lado, el  $E_{repas}$  es el potencial para el cual se completa el lazo de histéresis e indica la repasivación del material. Estos parámetros están relacionados con la susceptibilidad de un material de sufrir un proceso de corrosión localizada y la tendencia de que este proceso se desarrolle o el material se repasive. Cuanto más electropositivos sean estos potenciales, menor será la posibilidad de que ocurra un evento de corrosión localizada.

En la Figura 3 se ilustran las curvas obtenidas para los aceros analizados en la condición de solubilizados.



**Figura 3.** Curvas de polarización cíclicas.

Si bien los potenciales de corrosión, para las condiciones establecidas de ensayo, fueron similares en ambos aceros, el potencial de ruptura del acero inoxidable dúplex fue sensiblemente más electropositivo que el del acero AISI 316L. Al mismo tiempo, su potencial de repasivación fue considerablemente mayor y muy próximo a su potencial de ruptura, lo que indica que este acero posee una menor susceptibilidad a la corrosión localizada y una mayor capacidad de repasivación. Los valores de los potenciales obtenidos a partir de las respectivas curvas se detallan en la Tabla 2.

**Tabla 2.** Valores del ensayo de polarización cíclica.

Acero	$E_{corr}$ (V/SCE)	$E_{pit}$ (V/SCE)	$E_{repas}$ (V/SCE)
<b>AISI 316L</b>	-0,175	0,196	-0,070
<b>Dúplex</b>	-0,185	0,940	0,900

La menor susceptibilidad a sufrir corrosión localizada del acero inoxidable dúplex puede ser atribuida a su mayor contenido de Cr y Mo y a su contenido de N, que aumentan el denominado índice de resistencia a la corrosión por picado (PREN: Pitting Resistance Equivalent Number), en medios que contienen iones cloruro. El PREN está definido como [9]:  $PREN = Cr \% + 3,3Mo \% + 16N \%$ .

De acuerdo a las composiciones químicas indicadas en la Tabla 1, el valor del PREN para el acero inoxidable dúplex fue de 43,5. En el caso del AISI 316L, el PREN fue de 24,8. Complementando los análisis electroquímicos, en la Figura 4 se observan las curvas correspondientes al acero dúplex, en las condiciones “as cast” y solubilizado.

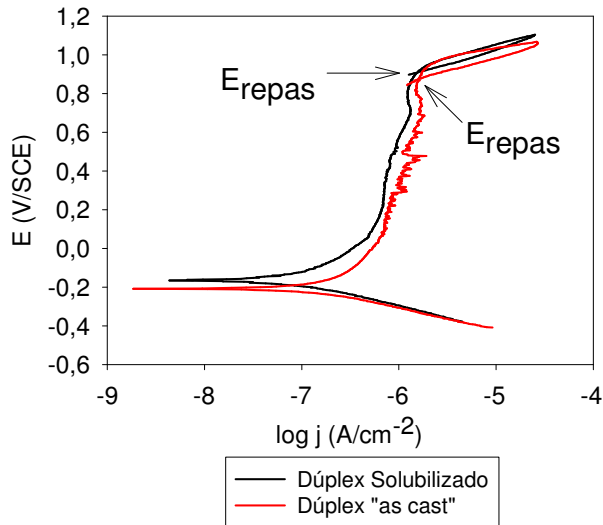


Figura 4. Curvas de polarización cíclica correspondientes al acero dúplex, en las condiciones “as cast” y solubilizado.

Si bien el comportamiento ha sido similar en ambos casos, los potenciales de corrosión y repasivación fueron levemente más electropositivos en el acero solubilizado. Al mismo tiempo, se observó una mayor fluctuación en la parte anódica de la curva correspondiente al acero en estado “as cast”, lo que conduce a inferir que en esta situación el acero dúplex sería más susceptible a sufrir corrosión localizada. Esta conducta puede ser atribuida a la presencia de la fase sigma, que reduce la resistencia a la corrosión de este acero.

### 3.4 Propiedades magnéticas

Las propiedades magnéticas de los aceros inoxidables AISI 316L y dúplex se ponen de manifiesto en las curvas de histéresis ilustradas en las Figuras 5(a) y 5(b), respectivamente.

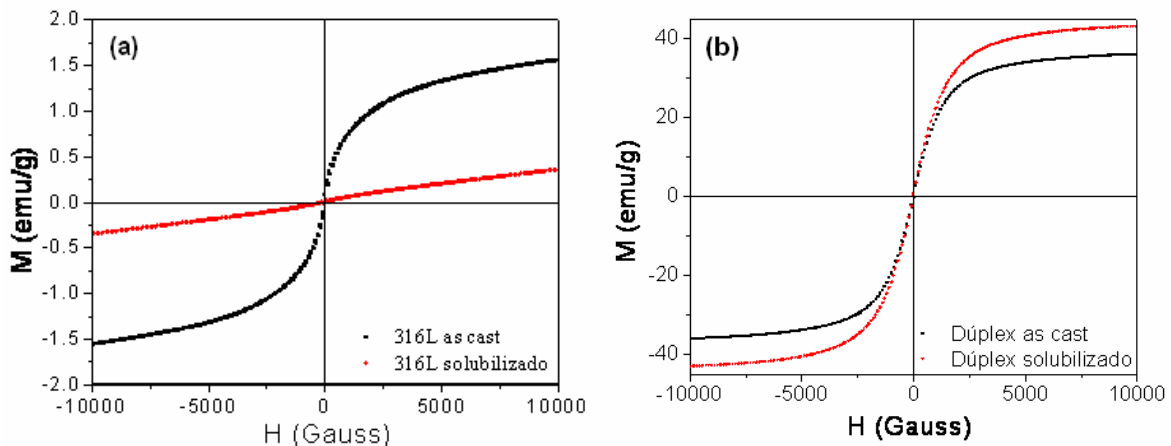


Figura 5. Curvas de histéresis magnética. (a) AISI 316L, (b) Acero inoxidable dúplex.

El carácter magnético del acero dúplex es significativamente mayor al del AISI 316L, debido al mayor porcentaje de ferrita presente. Al mismo tiempo, en la Figura 5(a) se aprecia el efecto del tratamiento térmico de solubilizado para disolver la ferrita- $\delta$  precipitada en los espacios interdendríticos en el acero AISI 316L. Como consecuencia de la presencia de ferrita- $\delta$ , la muestra “as cast” ha registrado un magnetismo mayor al de la muestra solubilizada.

#### 4. CONCLUSIONES

Los estudios realizados en el acero inoxidable dúplex indicaron que este acero posee mayor resistencia mecánica debido al mayor contenido de Cr y N y a la estructura dual austenita/ferrita. Al mismo tiempo, se ha comprobado que su susceptibilidad a la corrosión localizada es considerablemente menor respecto al acero AISI 316L, en medios que simulan los fluidos del cuerpo humano. Esto obedece a que los contenidos de Cr, Mo y N aumentan el índice de resistencia a la corrosión por picado. Por otro lado, las curvas de histéresis ilustraron el mayor carácter magnético del dúplex debido a la presencia de la fase ferromagnética ferrita, en porcentajes próximos al 50%. A pesar de las mejores propiedades mecánicas y anticorrosivas del acero inoxidable dúplex, el magnetismo que presenta hace que por el momento no sea considerado adecuado para su uso como biomaterial, debido a que inhibe la posibilidad de realizar análisis que involucran campos magnéticos como los estudios de Resonancia Magnética.

#### REFERENCIAS

1. M. Niinomi, Metall. and Mater. Trans. A, Vol. 33 A, pp 477-485, (2002).
2. A. Cigada, G. Rondelli, B. Vicentini, M. Giacomazzi, A. Roos, “Dúplex stainless steel for osteosynthesis devices”. J. Biomed. Mater. Res., 23, 1989, 1087-1095.
3. A. Cigada, G. De Santis, A. M. Gatti, A. Roos, D. Zaffe, “In vivo behavior of a high performance dúplex stainless steel”. J. of Applied Biomaterials, 4, 1993, 39-46.
4. M.M. Beloti, J.M.D.A. Rollo, A. Itman Filho, A.L. Rosa, “*In vitro* biocompatibility of dúplex stainless steel with and without 0.2% niobium”. J. of Applied Biomaterials & Biomechanics, 2, 2004, 162-168.
5. J. Pan, C. Karlén, C. Ulfvin, “Electrochemical study of resistance to localized corrosion of stainless steel for biomedical applications”. J. of The Electrochemical Society, 147, 3, 2000, 1021-1025.
6. Metals Handbook, Vol. 4, Heat Treating, 1991, 1710.
7. Metals Handbook, Vol. 3, Alloy Phase Diagrams, 1992, 682.
8. Metals Handbook, Vol. 9, Metallography and Microstructures, 2004, 1627.
9. Metals Handbook, Vol. 13A, Corrosion Fundamentals, Testing and Protection, 2003, 595.