

# CARACTERIZAÇÃO DE AÇO INOXIDÁVEL AUSTENÍTICO PARA IMPLANTES CIRURGICOS MANUFATURADO POR DMLS\*

Edgar Busato Junior<sup>1</sup>  
Maria Aparecida Larosa<sup>2</sup>  
André Luiz Jardini Munhoz<sup>3</sup>  
Cecília Amélia de Carvalho Zavaglia<sup>4</sup>

## Resumo

A manufatura aditiva é um processo recente que possibilita a confecção de peças com geometrias consideradas complexas para os métodos de fabricação convencionais. A possibilidade de obtenção de peças em aço inoxidável austenítico pela técnica de Sinterização Direta de Metal por Laser (DMLS) torna o processo de manufatura aditiva ideal para fabricação de implantes cirúrgicos customizados. O pó comercial EOS 316L, produzido pela EOS GmbH, utilizado na produção das amostras estudadas nesse trabalho, apresenta composição química equivalente ao do aço inoxidável austenítico tipo cirúrgico ASTM F138. As amostras produzidas foram submetidas a diferentes tratamentos térmicos e sua caracterização microestrutural foi feita por meio de microscopia óptica e difração de raios-X. Ensaios de microdureza Vickers foram realizados. Os resultados obtidos para o material produzido por DMLS foram comparados aos da liga ASTM F138 comercial, e mostram que o material produzido por manufatura aditiva apresenta características similares ao aço inoxidável para uso cirúrgico.

**Palavras-chave:** Manufatura Aditiva; DMLS; Aço Inoxidável Austenítico para Implantes Cirúrgicos; EOS 316L

## CHARACTERISTICS OF ADDITIVE MANUFACTURED POWER-BED LASER-FUSED AUSTENITIC STAINLESS STEEL FOR SURGICAL IMPLANTS

### Abstract

The additive manufacturing is a process that enables the manufacturing of parts with a geometry considered complex to the conventional methods of manufacture. The Direct Metal Laser Sintering (DMLS) process allows the use of austenitic stainless steel as raw material in the manufacturing of customized surgical implants. The commercial powder metal material EOS 316L, provided by EOS GmbH, was used in the production of samples studied in this work. This material presents the chemical composition equivalent to the austenitic stainless steel for surgical implants, type ASTM F138. The samples produced were submitted to different heat treatments and their microstructural characterization was performed using optical microscopy and X-ray diffraction. Testing of Vickers hardness were performed too. The results obtained for the material produced by DMLS were compared to ASTM F138 characteristics, and lead to the conclusion that the material produced by additive manufacture has characteristics similar to those of the stainless steel for surgical implants.

**Keywords:** Additive Manufacturing; DMLS; Surgical Austenitic Stainless Steel; EOS 316L.

<sup>1</sup> Engenheiro Mecânico, FEM, Unicamp, Campinas, São Paulo, Brasil.

<sup>2</sup> Tecnóloga em Saúde, Doutora, Pesquisadora, INCT-Biofabris, Unicamp, Campinas, São Paulo, Brasil.

<sup>3</sup> Doutor em Engenharia Mecânica, Pesquisador do INCT- Biofabris, Unicamp, Campinas, São Paulo

<sup>4</sup> Professora Faculdade de Engenharia Mecânica, Unicamp, Campinas, São Paulo

## 1 INTRODUÇÃO

O aço inoxidável austenítico ASTM F138 (UNS 31673), de composição química similar ao tipo AISI 316L (UNS 31603), tem sido usado na manufatura de implantes cirúrgicos em seres humanos. Embora a American Society for Testing and Materials (ASTM) afirme que nenhum material tem se mostrado, até o momento, totalmente livre de reações adversas quando implantados no corpo humano [3], uma longa experiência clínica mostra que o uso desse aço inoxidável contendo 18% de cromo, 14% de níquel e 2,5% de molibdênio apresenta níveis aceitáveis de resposta biológica, tanto em contato com tecidos moles, bem como ossos humanos. Este fato levou a *ASTM* a normalizar as características químicas, mecânicas e metalúrgicas requeridas para que esse material possa ser usado em implantes cirúrgicos. O material assim normalizado passou a ser comercialmente denominado ASTM F138 (2013). Fornecido sob a forma de fios e barras, esse material é destinado à confecção de implantes cirúrgicos por processos convencionais de fabricação, como usinagem e conformação mecânica.

O advento da manufatura aditiva [1] tornou possível a obtenção de implantes cirúrgicos personalizados em diversas ligas metálicas [2], inclusive em aço inoxidável austenítico 316L. O fornecedor do equipamento de impressão 3D e da matéria prima na forma física de pó metálico para impressão de produtos em ligas metálicas, a EOS GmbH, afirma que “as peças construídas em aço inoxidável EOS 316L possuem características químicas correspondentes ao ASTM F138” – Norma de Especificação para Barras e Fios em Aço Inoxidável 18Cr-14Ni-2,5Mo para Implantes Cirúrgicos (UNS S31673) [3].

A intenção deste estudo é comparar propriedades de dureza e microestrutura do aço inoxidável austenítico comercial ASTM F138 com as do aço EOS 316L, produzido por manufatura aditiva através do processo DMLS. Caracterizando-se de maneira comparativa os dois materiais, objetiva-se poder afirmar que ambos podem ser considerados equivalentes. Desta forma, os implantes fabricados por manufatura aditiva DMLS com matéria prima EOS 316L poderão ser classificados, quanto as características analisadas e acima mencionadas, como aço inoxidável de qualidade cirúrgica ASTM F138.

Como o processo de manufatura aditiva DMLS consiste na fusão por laser do pó metálico depositado em camadas bem finas, que são esfriadas rapidamente, pressupõe-se a necessidade de alívio de tensões nas peças produzidas. Assim, foram realizados diferentes tratamentos térmicos de alívio de tensões e de recozimento para o material produzido por DMLS.

## 2 MATERIAIS E MÉTODOS

### 2.1 Materiais

O pó comercial EOS 316L, produzido pela empresa EOS GmbH, foi utilizado na produção das amostras. Sua composição química, fornecida pelo fabricante, é apresentada na Tabela 1.

| Composição Química |          |          |
|--------------------|----------|----------|
| Elemento           | Mínimo % | Maximo % |
| Fe                 | balance  |          |
| Cr                 | 17,000   | 19,000   |
| Ni                 | 13,000   | 15,000   |
| Mo                 | 2,250    | 3,000    |
| C                  |          | 0,030    |
| Mn                 |          | 2,000    |
| Cu                 |          | 0,500    |
| P                  |          | 0,025    |
| S                  |          | 0,010    |
| Si                 |          | 0,750    |
| N                  |          | 0,100    |

Tabela 1 – Composição do material EOS 316L informada pelo fabricante EOS GmbH

Para efeito de comparação, o aço inoxidável austenítico ASTM F138 (18Cr-14Ni-2,5Mo), fornecido pela empresa Villares Metals e comercializado com denominação VI138, sob a forma de barra cilíndrica retificada com diâmetro de 19,05 mm, na condição solubilizada, teve também suas propriedades estudadas. A composição química da barra estudada, de acordo com a informação fornecida pelo fabricante, é apresentada na Tabela 2

| Composição Química |         |
|--------------------|---------|
| Elemento           | %       |
| Fe                 | balance |
| Cr                 | 17,570  |
| Ni                 | 14,500  |
| Mo                 | 2,820   |
| C                  | 0,018   |
| Mn                 | 1,730   |
| Cu                 | 0,080   |
| P                  | 0,020   |
| S                  | <0,0010 |
| Si                 | 0,280   |
| N                  | 0,085   |

Tabela 2 – Composição do material ASTM F138 informada pelo fabricante Villares Metals.

O pó metálico foi processado pelo Instituto Nacional de Ciência e Tecnologia em Biofabricação (INCT – BIOFABRIS), utilizando o equipamento de manufatura aditiva EOSINT M280, da EOS GmbH, para a fabricação das amostras. Os parâmetros de processamento empregados no processo estão descritos na Tabela 3.

| Parâmetros DMLS                          |                   |
|--|-------------------|
| Atmosfera da Câmara                      | Argônio           |
| Tipo de Laser                            | Itérbio (Yb)      |
| Potência do Laser (W)                    | 200               |
| Tamanho ponto de Laser ( $\mu\text{m}$ ) | 100               |
| Velocidade varredura (m/s)               | 7,0               |
| Distancia entre linhas (mm)              | 0,1               |
| Espessura camada de pó (mm)              | 0,03              |
| Trajatória do feixe                      | Zigue zague a 45° |

Tabela 3 – Parâmetros usados no processo DMLS

## 2.2.- Preparação das amostras

### Amostras em ASTM F138

As amostras do material ASTM F138 foram extraídas da barra cilíndrica por usinagem mecânica com diâmetro de 19,05 mm e 5 mm de espessura conforme mostrado na Figura 1



Figura 1 - Amostras obtidas a partir de barra cilíndrica do material ASTM F138.

Como mostrado na Figura 1, foram analisadas as faces perpendicular e paralela ao sentido de laminação da barra. Uma vez usinadas, essas amostras foram submetidas ao procedimento padrão de preparação metalográfica. Posteriormente, foram submetidas ao ataque eletroquímico em solução de 10% de ácido oxálico em água destilada, com diferença de potencial elétrico de 6V, por 60 segundos, com intuito de revelar a microestrutura do material.

### Amostras em EOS 316L

A partir do pó do aço EOS 316L foram confeccionadas amostras medindo 10 mm de diâmetro x 5 mm de espessura e amostras com 20 mm de comprimento x 10 mm de largura x 5 mm de espessura. As amostras foram seccionadas na cortadora de precisão Isomet 2000, marca Buehler, de forma a permitir análises nas faces perpendicular e paralela à direção de crescimento do material no processo DMLS (Figura 2).

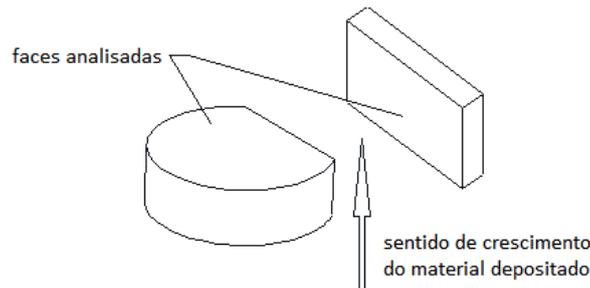


Figura 2 - Amostras do material EOS 316L produzidas para as análises de microscopia óptica, testes de microdureza Vickers e difratometria de raios-X.

Uma vez obtidas por DMLS, as amostras de EOS 316L foram divididas em três grupos e submetidas a diferentes tratamentos térmicos:

AT0388- Tratamento alívio de tensões a 388 °C e resfriamento lento em forno [4]

AT0899- Tratamento alívio de tensões a 899 °C e resfriamento rápido em água [5]

RC1093- Recozimento a 1093 °C e resfriamento rápido em água [5]

Essas amostras, após esses tratamentos térmicos [6], também foram submetidas ao procedimento padrão de preparação metalográfica e ao ataque eletrolítico citado anteriormente.

Na microscopia óptica foi usado um microscópio óptico modelo DM IL da fabricante Leica com o auxílio do software LAS V4.

A difração de raios-X foi feita no equipamento de marca Phillips Analytical X Ray, modelo X'Pert – MPD, com radiação  $K\alpha$  do cobre com  $\lambda = 1,54056 \text{ \AA}$  na faixa de varredura de 20 a 100 graus de incidência.

Os ensaios de microdureza Vickers foram realizados de acordo com a norma ASTM E384-11 [7], utilizando-se um durômetro FV-800, da Future Tech, com carga de 0,5 kg aplicada por 15 s. Foram tomadas 20 medidas de microdureza Vickers em cada face considerando-se a posição da mesma em relação ao sentido de deposição ou crescimento do material no processo DMLS.

### 3 RESULTADOS E DISCUSSÃO

A seguir são mostrados os resultados obtidos nos diferentes ensaios de caracterização dos materiais submetidos a diferentes tratamentos térmicos.

#### 3.1 - Microscopia Óptica.

A Figura 3 mostra a micrografia da estrutura do material EOS 316L sem qualquer tratamento térmico ou Como Produzido (CP) após o processo DMLS. Na face longitudinal ao sentido de crescimento do material pode-se notar as marcas deixadas pela passagem do feixe de laser ao fundir o pó metálico e a superposição das regiões fundidas pelo laser em cada passagem do mesmo.

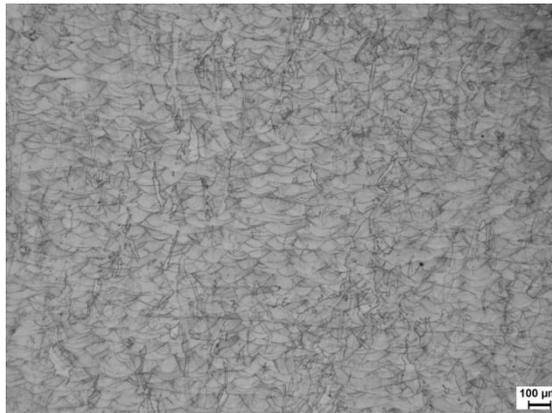


Figura 3 - Material EOS 316L - face longitudinal ao crescimento do material.

A Figura 4 mostra a micrografia da estrutura do material EOS 316L sem qualquer tratamento térmico ou Como Produzido (CP) Nessa face transversal ao sentido de crescimento do material pode-se notar as marcas deixadas pelo trajeto percorrido em zigue zague do feixe de laser ao fundir o pó metálico.

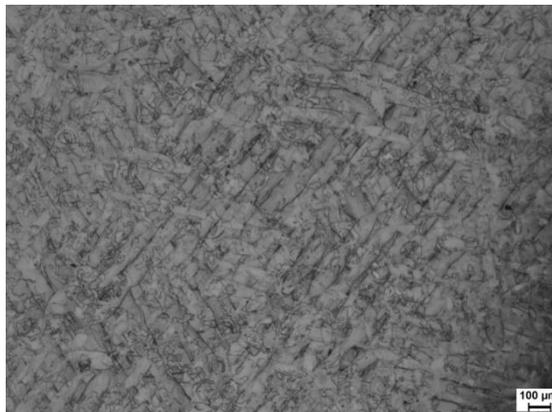


Figura 4 - Material EOS 316L - face longitudinal ao crescimento do material.

As Figuras 5 e 6 mostram as micrografias do material ASTM F138 solubilizado durante o processo de fabricação. Nota-se a homogeneidade do tamanho de grão e a estrutura totalmente austenítica do material. A total ausência de outras fases diferentes da austenita como ferrita delta ( $\delta$ ) e fases intermetálicas como as fases sigma ( $\sigma$ ) e chi ( $\chi$ ) é uma exigência de norma. O processo de solubilização é realizado no material ASTM F138 para eliminar a presença dessas fases.

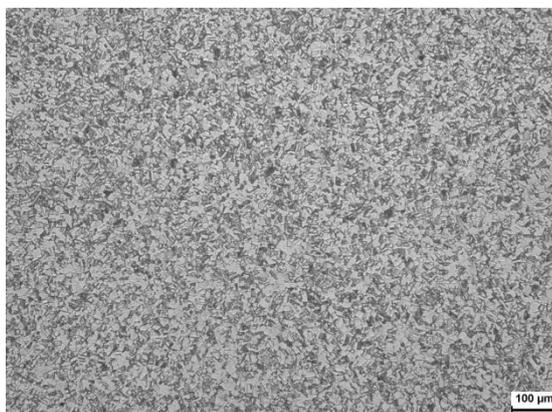


Figura 5 - Face longitudinal ao eixo de laminação da barra do material ASTM F138

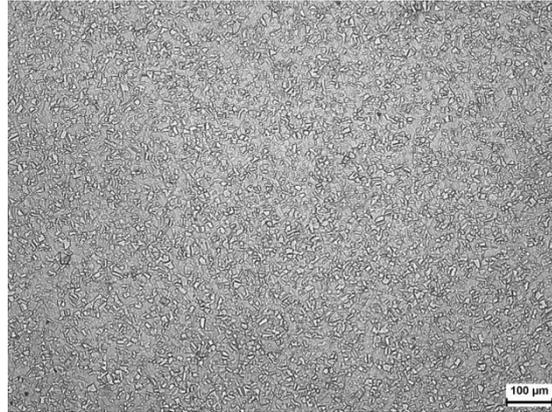


Figura 6 - Face transversal ao eixo de laminação da barra do material ASTM F138

A estrutura metalográfica totalmente austenítica podem ser vistas nas micrografias da Figura 7 do material ASTM F138 assim como na micrografia da Figura 8 tirada do material EOS 316L recozido a 1093 °C e resfriado em água. Pode-se afirmar que nas amostras do material EOS 316L produzidas pelo processo DMLS não se notou a ocorrência de ferrita delta ou das fases sigma e chi, mesmo antes ou após qualquer tratamento térmico realizado, como exige a norma para o aço cirúrgico ASTM F138.

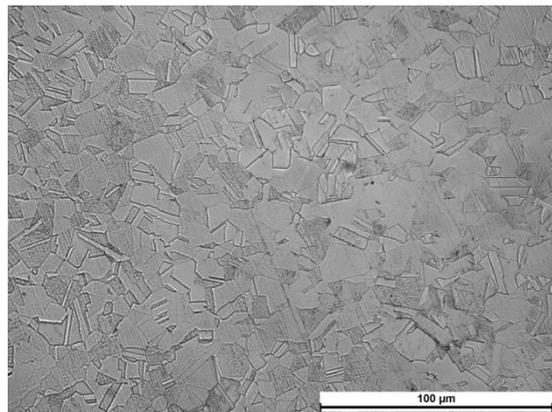


Figura 7 – Estrutura totalmente austenítica do material ASTM F138

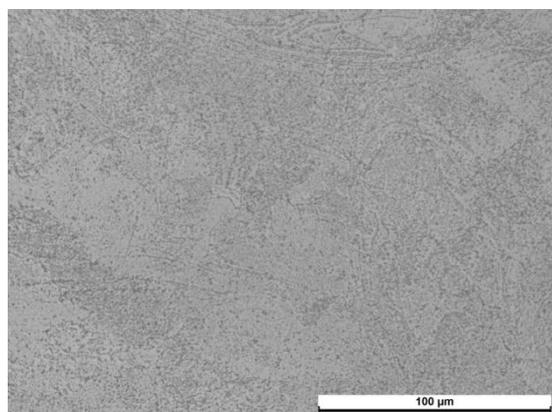


Figura 8 – Estrutura totalmente austenítica do material EOS 316L recozido a 1093 C.

### 3.2 - Difractometria de Raios-X

Na Figura 9 estão os difratogramas dos materiais ASTM F138 e EOS 316L, mostrando a total similaridade entre aos mesmos e a composição totalmente austenítica de suas estruturas. Mesmo a matéria prima em pó do material EOS 316L, suas amostras já processadas, e as submetidas a diferentes tratamentos térmicos, apresentam difratogramas idênticos ao do material ASTM F138

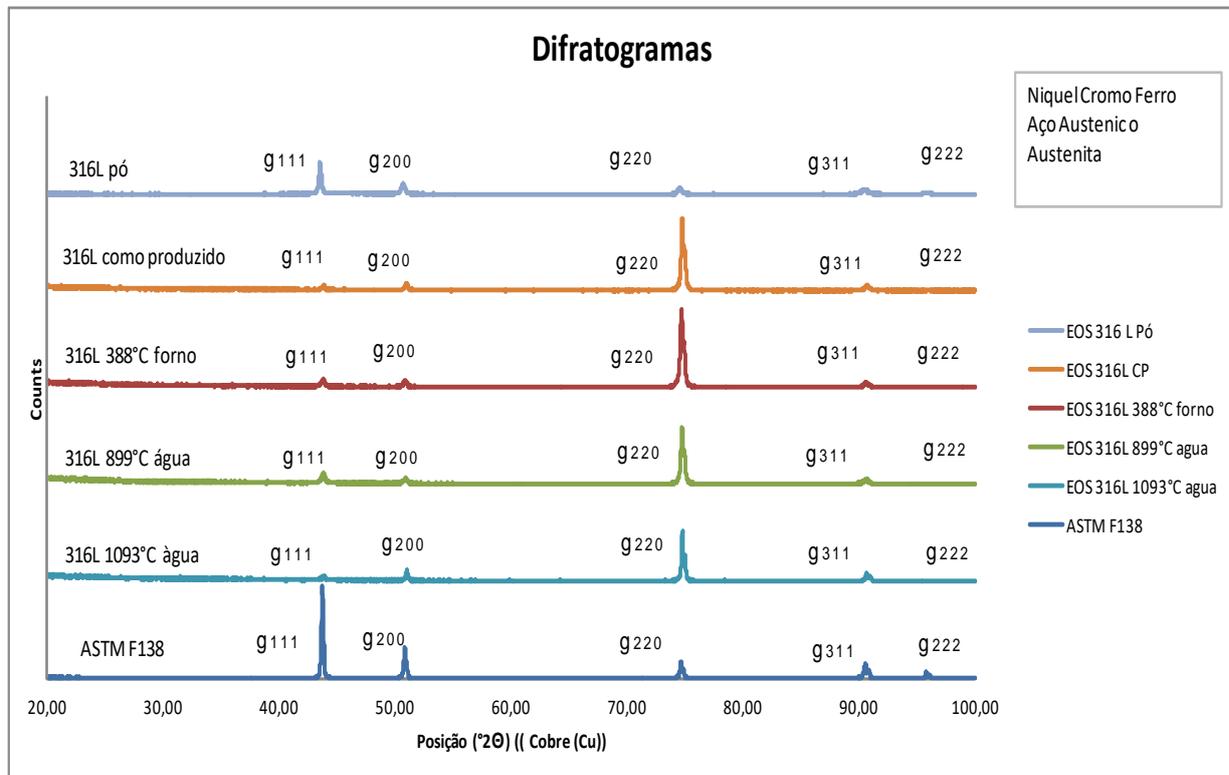


Figura 9 – Difratogramas dos materiais ASTM F138, EOS 316L sob diferentes condições de tratamentos térmicos e pó metálico EOS 316L.

### 3.3 - Microdurezas Vickers

As médias e respectivos valores de desvio padrão de microdureza Vickers [7] dos materiais em comparação estão mostradas na Tabela 4. Nota-se que a microdureza do material EOS 316L não varia em função da direção longitudinal ou transversal de crescimento da amostra durante o processo DMLS, podendo-se considerar que o mesmo é isotrópico quanto à microdureza. Outro fato notado é que os valores de dureza das amostras testadas diminuíram com o aumento da temperatura do tratamento térmico aplicado. Para o tratamento de alívio de tensão a 899 °C obteve-se dureza do material EOS 316L muito próxima ao do material ASTM F138 comercializado na condição solubilizado.

| Material | Tratamento térmico | Face testada | Dureza Vickers HV |
|----------|--------------------|--------------|-------------------|
| F138 (a) | Solubilizado       | n.d.         | 187,0             |

| Material | Tratamento térmico | Face testada  | Dureza Vickers HV |
|----------|--------------------|---------------|-------------------|
| EOS316L  | CP                 | Perpendicular | 208,4 ± 7,8       |
| EOS316L  | CP                 | Longitudinal  | 209,0 ± 12,0      |
| EOS316L  | AT0388             | Perpendicular | 201,5 ± 11,4      |
| EOS316L  | AT0388             | Longitudinal  | 193,6 ± 7,2       |
| EOS316L  | AT0899             | Perpendicular | 183,6 ± 8,2       |
| EOS316L  | AT0899             | Longitudinal  | 180,0 ± 6,6       |
| EOS316L  | RC1093             | Perpendicular | 173,3 ± 7,8       |
| EOS316L  | RC1093             | Longitudinal  | 170,8 ± 4,1       |

Tabela 4– Microdureza Vickers dos materiais produzidos por DMLS comparados ao ASTM F138

#### 4 CONCLUSÃO

Os testes realizados no aço inoxidável austenítico para uso cirúrgico comercial ASTM F138 e no aço EOS 316L obtido por processo de manufatura aditiva DMLS forneceram resultados que corroboram a afirmação de que ambos são equivalentes nas propriedades avaliadas neste estudo. Quando comparamos as características do material normalizado pela ASTM ao aço inoxidável obtido por DMLS encontramos valores similares em todos os aspectos analisados. Pode-se dizer que a mesma estrutura totalmente austenítica, obrigatoriamente livre das indesejadas fases de ferrita delta, sigma ou chi no material ASTM F138 também foi encontrada no material EOS 316L. Os difratogramas obtidos mostram a similaridade estrutural existente entre os materiais, independentemente do material EOS 316L estar na etapa de fabricação “como fabricado” ou seja, imediata ao processo DMLS, ou quando submetido a diferentes tratamentos térmicos de alívio de tensões ou de recozimento. Tratamentos térmicos de alívio de tensões e de recozimento no material EOS 316L, diminuem a dureza do material com o aumento da temperatura de tratamento, como era de se esperar. Com o tratamento recomendado de alívio de tensões a 899°C, as durezas de ambos os materiais se igualam. Como não se notou a ocorrência de fases indesejadas no material EOS 316L, em nenhuma condição de fabricação, esse alívio de tensões foi eleito como o tratamento adequado para se obter durezas e estrutura metalográficas equivalentes ao ASTM F138 nos produtos fabricados por Sinterização Direta de Metal por Laser. Pelos resultados encontrados, pode-se afirmar que as características mecânicas e químicas do aço inoxidável austenítico obtido por processo DMLS são equivalentes às características do material ASTM F138. O uso do pó metálico EOS 316L e a flexibilidade de construção do processo DMLS permite a obtenção de implantes cirúrgicos de geometria complexa, em aço inoxidável F138 como normalizado pela ASTM.

## Agradecimentos

Ao apoio da bolsa de Mestrado CNPQ nr.134649/2016-8

## REFERÊNCIAS

- 1 VOLPATO, Neri. AHRENS, Carlos A. FERREIRA, Cristiano V. PETRUSH, Güther. CARVALHO, Jonas. SANTOS, Jose R.L. SILVA, Jorge V.L. Prototipagem Rápida Tecnologias e Aplicações. São Paulo. Blucher. 2013. 244p
- 2 GIBSON, Ian., ROSEN, David, STUCKER, Brent. Additive Manufacturing Technology, New York, Springer, 2010, 2015, 2nd Edition, 498p.
- 3 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM. ASTM F138-13a: Standard Specification for Wrought 18 Chromium – 14 Nickel – 2.5 Molybdenum Stainless steel Bar and Wire for Surgical Implants (UNS S31673). USA. 2013.
- 4 MOWER Todd M., LONG J. Michael. Mechanical behavior of additive manufactured powder-bed laser-fused materials M.I.T. Lincoln Laboratory, Lexington, MA, 2015, Materials Science and Engineering A., p200, [acesso em 16.abr.2016]. Disponível em <http://www.elsevier.com/locate/msea>
- 5 SAE INTERNATIONAL. AMS 2759 /4B – Heat Treatment Austenitic Corrosion -Resistant Steel Parts. Warrendale, PA. USA. 2001
- 6 DOSSET, Jon L., BOYER, Howard E. Practical Heat Treating 2nd Edition USA ASM International, 2006, 270p.
- 7 AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS – ASTM. ASTM E384-11: Standard Test Method for Knoop and Vickers Hardness of Materials. USA 2011.