

ESTUDIOS PRELIMINARES DE LA ZONA DE SOLDADURA DE CÁPSULAS DE ACERO INOXIDABLE AUSTENÍTICO AISI 316L, PARA FUENTES SELLADAS DE Cs137

D. Lago^(1,2), G. Sepúlveda⁽²⁾ M. Sanfilippo⁽²⁾ S. Pastralo⁽²⁾ M. Prado^(1,2) A. Mender⁽³⁾

(1) Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas.
Avda. Rivadavia 1917 – Código Postal C1033AAJ – Ciudad Autónoma de Buenos Aires,
Pcia. Buenos Aires – Argentina.

(2) Centro Atómico Bariloche - Comisión Nacional de Energía Atómica.
Avda. Ezequiel Bustillo Km. 9,5. Código Postal 8400 –San Carlos de Bariloche,
Pcia. Río Negro – Argentina.

(3) Centro Atómico Ezeiza - Comisión Nacional de Energía Atómica.
Presbítero Juan González y Aragón N° 15. Código Postal (B1802AYA) – Ezeiza
Pcia. Buenos Aires – Argentina.

E-mail: dlago@cab.cnea.gov.ar; pradom@cab.cnea.gov.ar

RESUMEN

En la actualidad, el tratamiento de cáncer de cuello uterino, endometrio y vagina, emplea semillas radiactivas en forma de esferas, semillas o hilos, en la técnica conocida como braquiterapia. Las fuentes de braquiterapia están encapsuladas en cilindros de acero inoxidable de grado quirúrgico. Esta geometría tiene por objeto contener el material radiactivo, proveer varias barreras de seguridad, atenuando otras radiaciones indeseables emitidas por los radioisótopos durante su desintegración y suministrar rigidez a la fuente.

Las propiedades de los aceros inoxidables son influenciadas significativamente por su composición química, la que a su vez determina las características microestructurales de estas aleaciones. El acero AISI 316L, constituye una de las materias primas más empleadas en la fabricación de materiales de uso quirúrgico, debido a su estabilidad y carácter inerte al contacto con el organismo humano.

En este trabajo se prepararon cápsulas cilíndricas de acero inoxidable de pequeñas dimensiones (largo aproximado 10 mm., diámetro 2 mm.), en cuyos extremos se soldaron tapones mediante el proceso TIG, de manera tal de producir un cierre estanco.

Particularmente, se presentan los resultados de la caracterización de las soldaduras, mediante corte, pulido, ataque químico revelador de granos, análisis químico mediante Espectroscopía Dispersiva en Energía y análisis metalográfico. También se exponen mediciones de dureza Vickers en las zonas afectadas por la soldadura.

El análisis de la interfaz dendrítica-granular de la matriz inoxidable soldada bajo el proceso TIG, demuestra resistencia a la corrosión por plasma humano simulado a 36,5 °C.

Tópico 2: Materiales Metálicos

Palabras clave: Acero inoxidable AISI 316L, Fuentes selladas, Cs137.

1. INTRODUCCIÓN

Las investigaciones sobre el tratamiento del cáncer, junto con el estudio de la obtención de biomateriales, son temas de gran relevancia en el ámbito médico y científico. El poner a punto materiales que no tengan ninguna reacción perjudicial con los tejidos vivos, que posean buenas propiedades mecánicas y químicas, y que además puedan emplearse en cirugías, supone uno de los retos tecnológicos y humanos más importante de nuestro siglo [1].

El éxito de las intervenciones quirúrgicas donde se emplean dispositivos metálicos depende en gran medida del cumplimiento de los requisitos de las aleaciones metálicas, tales como: biocompatibilidad, resistencia a la corrosión, propiedades mecánicas y físicas compatibles con su función específica en el cuerpo humano [2]. Estos requisitos, están estrechamente relacionados con las especificaciones de calidad, que las normas internacionales establecen para ello [3].

En particular, los metales han sido empleados desde hace mucho tiempo para reemplazos ortopédicos y odontológicos, así también como para dispositivos oncológicos (de aplicación temporal) de tipo cérvico-uterino, entre otros.

La razón principal para el empleo de aceros inoxidable que contienen al menos 11 % de cromo como elemento aleante, es su resistencia a la corrosión. El cromo es un elemento reactivo, pero las aleaciones que contienen cromo se pasivan, exhibiendo una excelente resistencia a muchos ambientes. Las propiedades de los aceros inoxidable están influenciadas significativamente por su composición química, la que a su vez determina las características microestructurales de estas aleaciones.

El grupo de los aceros austeníticos, es el más popular de la familia de aceros inoxidable. Su microestructura está constituida fundamentalmente por granos de austenita. La presencia de níquel en estos aceros permite estabilizar la fase austenítica, ya que de otra forma el agregado de cromo produciría una microestructura ferrítica a temperatura ambiente. Los aceros inoxidable austeníticos tienen una excelente resistencia a la corrosión, muy buena conformabilidad y en términos generales son fácilmente soldables (mejor que los ferríticos). El acero inoxidable del tipo AISI 304 (19% Cr - 10% Ni) es el más representativo de este grupo de aleaciones. Posee una buena resistencia a la corrosión atmosférica y se lo emplea en forma significativa en la industria química, alimentaria y médica. Cuando las condiciones de servicio exigen una mayor resistencia a la corrosión por picado se emplea el acero inoxidable del tipo AISI 316L (17% Cr - 12% Ni - 2% Mo) [4].

El mayor riesgo de estos aceros es que son susceptibles al fenómeno de sensibilización. Este fenómeno fue observado inicialmente en la zona afectada por el calor en un acero inoxidable austenítico soldado, y puede producirse por un calentamiento prolongado seguido de un enfriamiento lento o por el contrario cuando los aceros inoxidable austeníticos son calentados entre 425 y 815 °C y luego enfriados, quedando ésta zona susceptible a la corrosión intergranular. La temperatura a la cual este efecto es mayor, está alrededor de 650 °C, donde la permanencia por pocos segundos es suficiente para permitir el deterioro del metal [5].

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

2.1 Materiales

2.1.1 Tubos de acero

El material empleado en este estudio consistió en 10 tubos de acero inoxidable austenítico 316L de dos medidas diferentes: 5 tubos de 6 mm de longitud - 4 mm de diámetro y 5 tubos de 3 mm de longitud - 2 mm de diámetro, en cuyos extremos se colocaron tapones soldados mediante el proceso de soldadura de arco con electrodo de tungsteno y atmósfera de gas inerte (TIG), bajo atmósfera inerte de argón, a fin de comparar la susceptibilidad a la corrosión en las diferentes zonas que conforman la soldadura: metal base (MB), zona afectada por el calor (ZAC) y zona de fusión (ZF).

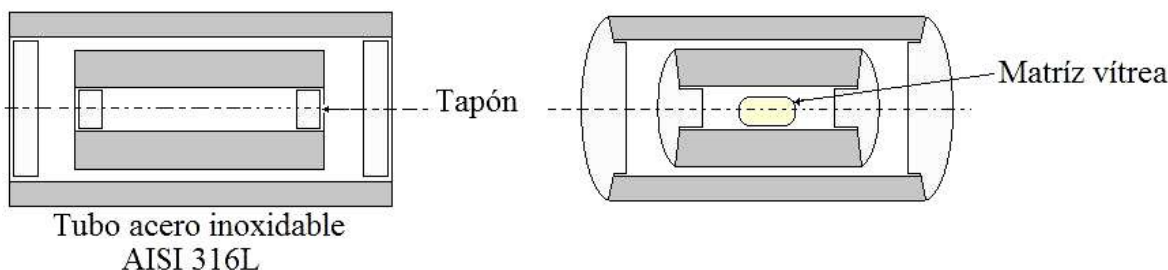


Figura 1. Esquema de cápsulas para ensayo de soldadura. a) Previo; b) Posterior a la soldadura.

2.1.2 Fluido biológico simulado

El desarrollo de nuevos materiales con aplicaciones biomédicas requiere de la realización previa de determinados ensayos con los materiales que van a entrar en contacto con el cuerpo humano. Gran parte de los primeros ensayos se realiza in Vitro y no in Vivo. Para ello se utilizan medios naturales o creados artificialmente que tratan de simular los procesos que tiene lugar in Vivo.

El Fluido Biológico Simulado (FBS) o Simulated Body Fluid (SBF) es el medio generalmente empleado para los ensayos in Vitro. Incluso cuando se quiere estudiar la interacción de materiales con la sangre, la utilización de FBS en los ensayos de biomateriales y materiales de uso médico se ha convertido en un método sencillo y económico, que sirve de indicador de la bioactividad de los biomateriales [6].

Los componentes de este medio son sales inorgánicas en concentraciones similares a las del plasma humano y un tampón biológico que no está presente en el cuerpo humano pero es necesario para alcanzar el pH del plasma. La solución salina debe conseguir un pH de 7,4 y para ello se utilizan sistemas tampón. Kokubo en su descripción convencional del plasma simulado emplea disoluciones tampón de TRIS (tris-hidroximetil-aminometano) y HCl para regular el pH. La composición del FBS preparado según el protocolo de Kokubo [7, 8] se presenta en la Tabla 1.

Tabla 1. Composición de 1 L. de FBS preparado.

Reactivos	Pureza (%)	Cantidad (gr.)
NaCl	> 99,5	8,036
NaHCO ₃	> 99,5	0,325
KCl	> 99,5	0,225
K ₂ HPO ₄ · 3H ₂ O	> 99,0	0,230
MgCl ₂ · 6H ₂ O	> 98,0	0,311
1.0M HCl	-	40 mL
CaCl ₂	> 95,0	0,293
Na ₂ SO ₄	> 99,0	0,072
TRIS	> 99,9	6,063
1.0M HCl	-	0,8 mL

2.2 Tratamiento en FBS

Luego de soldadas, las cápsulas de acero inoxidable se colocaron en recipientes de teflón con FBS, y se introdujeron en una estufa de cultivo a 36,5 °C, por un lapso de 45 días.

2.3 Caracterización de las cápsulas,

Las cápsulas de acero inoxidable austenítico, incluyendo tubos, tapones y soldaduras fueron caracterizadas química y morfológicamente empleando un Microscopio Electrónico de Barrido

Philips 515. Mediante el espectrómetro EDAX 9900 adosado al equipo para análisis dispersivos en energía (EDE), se realizaron determinaciones multielementales.

Posteriormente al proceso de soldadura y de retirar las cápsulas del plasma sanguíneo simulado, se realizaron ensayos electroquímicos sobre las muestras secas, incluidas en resina epoxy, cortadas y pulidas, realizándoles un ataque químico revelador de grano. Posteriormente se efectuaron mediciones de dureza Vickers en las zonas afectadas por la soldadura.

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1 Caracterización química y microestructural de los tubos de acero inoxidable AISI 316L

La composición química del material en estudio se determinó mediante el espectrómetro EDAX adosado al equipo para análisis dispersivos en energía; los resultados se presentan en la Tabla 2.

Tabla 2. Composición química del material estudiado.

Determinación	Análisis Químico				
	Tubo Interior-Exterior				
	Si(%w)	Mo(%w)	Cr(%w)	Fe(%w)	Ni(%w)
1	0,57-1,04	2,95-3,72	17,08-17,24	67,14-64,62	12,27-13,38
2	0,67-0,86	3,17-3,35	16,87-17,59	66,83-64,33	12,45-13,88
3	0,55-0,91	2,67-3,51	17,20-17,55	67,49-61,54	12,09-13,49

Las muestras se caracterizaron morfológicamente empleando un microscopio electrónico de barrido Philips 515, luego de prepararlas mediante la técnica de pulido mecánico.

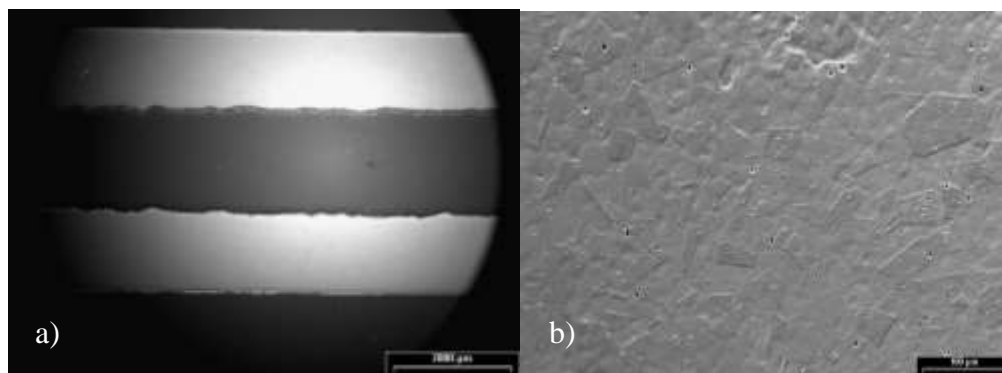


Figura 2. Micrografía de una muestra de acero inoxidable AISI 316L en la zona de metal base.
a) Tubo entero; b) Sección interior.

La Figura 2 corresponde a la zona de metal base de aleación 316 L, obtenida previa a los ensayos electroquímicos, donde se observa una microestructura de granos equiaxiales austeníticos, característicos de este tipo de acero.

3.2 Caracterización química y microestructural de las zonas afectadas por la soldadura

Cuando partes estructurales son soldadas por fusión, en la junta, el material de ambos componentes es calentado hasta su punto de fusión bajo condiciones impuestas por la geometría del sistema y la potencia entregada por el arco eléctrico. Debido a este severo ciclo térmico la estructura original del material y sus propiedades son modificadas en una región cercana a la soldadura. Este volumen de

material afectado térmicamente se denomina zona afecta por el calor (ZAC). Esta zona se puede observar en la Figura 3.

El análisis químico de las distintas zonas, Tabla 3, evidencia la homogeneidad en la composición del material luego del proceso de soldadura, sin observarse particular enriquecimiento cationico en la ZAC.

No se observan productos de corrosión ni deterioro del metal base, luego de los ensayos realizados sobre las cápsulas estudiadas.

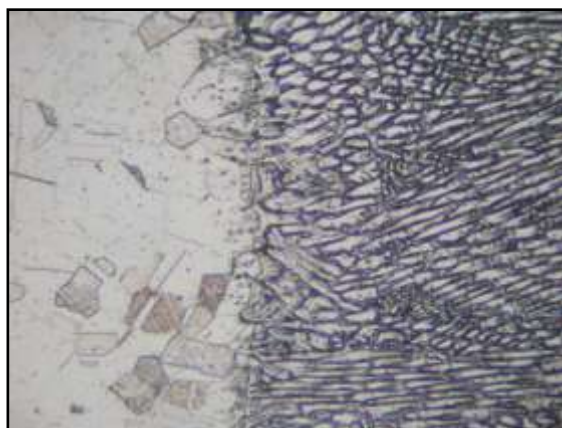


Figura 3. Micrografía de una muestra de acero inoxidable AISI 316L en la ZAC.

Tabla 3. Composición química del material estudiado.

Posición	Análisis Químico (%w)					
	Si	Mo	Cr	Mn	Fe	Ni
ZF	0.47	2.74	17.18	0.93	66.73	11.94
Dendrita	1.31	8.22	19.85	1.95	55.43	13.24
MB	0.47	2.84	17.74	1.02	66.24	11.69

La naturaleza de los procesos de soldadura por fusión es tal que el metal base adyacente a la soldadura experimenta un amplio rango de temperaturas, resultando en amplias variaciones microestructurales en las distintas regiones de la ZAC.

La Figura 4 corresponde al análisis morfológico de las ZAC y ZF. Se pueden observar pequeños precipitados sobre ambas superficies, sobre los cuales se realizaron análisis químicos para determinar su composición.

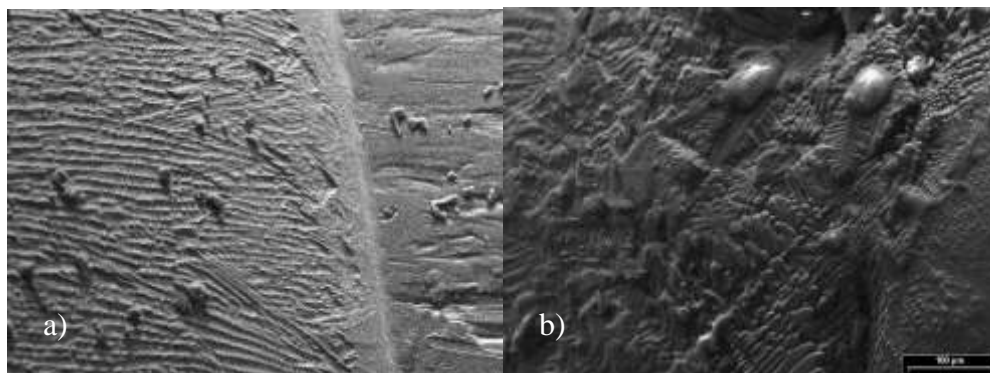


Figura 4. Micrografía de una muestra de acero inoxidable AISI 316L; a) En la ZAC; b) En la ZF.

Los microanálisis realizados por EDS, Tabla 4, muestran que estos precipitados son ricos principalmente en calcio y fósforo, siendo estos elementos, componentes del FBS.

Tabla 4. Análisis químicos del precipitado en la superficie de la ZAC y ZF.

Análisis Químico Wt (%)											
Na	Mg	Al	Si	P	Cl	K	Ca	Cr	Mn	Fe	Ni
4.62	3.14	0.14	0.28	34.38	4.56	0.29	49.06	0.70	0.20	2.07	0.57

Se observaron agregados botrioidales de esta misma composición particularmente en los extremos de las cápsulas, debido a la mayor rugosidad generada por la soldadura, Figura 5.

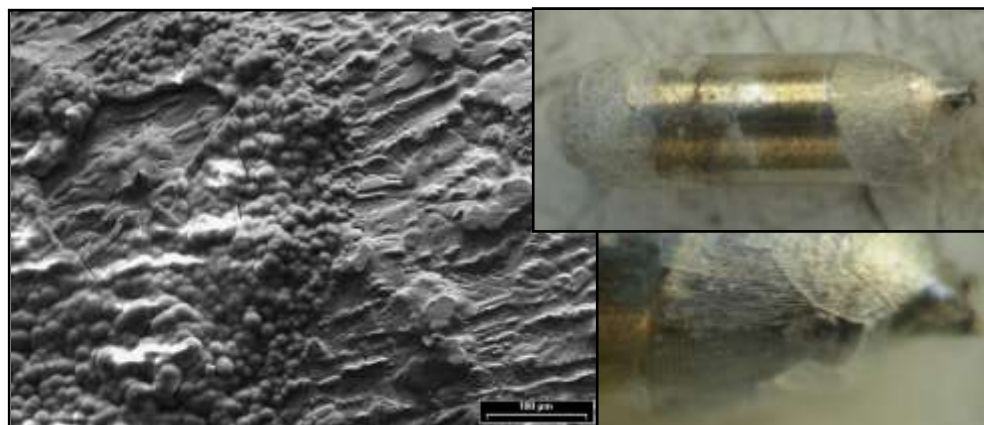


Figura 5. Micrografía e imágenes de una muestra de acero inoxidable AISI 316L, donde se observan precipitados ricos en Ca y P.

Esto se debe a que las cápsulas de acero inoxidable se retiraron del medio y luego de secarlas se analizaron, sin realizárseles lavados previos que pudiesen enmascarar o remover algún depósito o producto de corrosión, si lo hubiese.

3.3 Análisis metalográfico de la interfaz dendrítico-granular

Las variaciones tanto del gradiente térmico como de la velocidad de solidificación local al desplazarse sobre la superficie de la cápsula desde la pared lateral hacia la interfase ZF-MB, causan un cambio progresivo en la subestructura de solidificación al cruzar un cordón de soldadura [9, 10]. A la velocidad de soldadura utilizada se ha observado un gradual aumento de la naturaleza dendrítica al acercarse hacia la interfase ZF-MB, Figura 6.

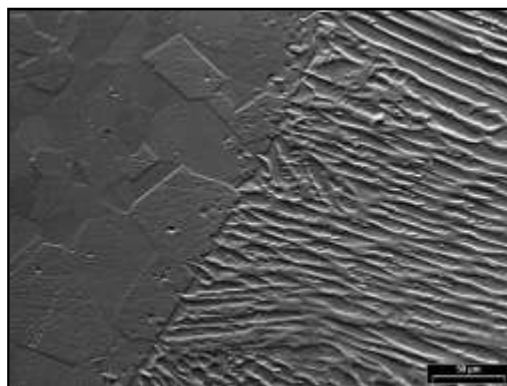


Figura 6. Micrografía de la interfaz dendrítica-granular.

Esto ocurre porque el gradiente térmico es negativo, es decir la temperatura del líquido próximo a la interfase es menor que la del sólido formado. La negatividad del gradiente térmico se debe a que el líquido frente a la interfase se enriquece de soluto debido a una re-inyección por parte del sólido; de esta forma el líquido disminuye su temperatura y se obtiene un crecimiento dendrítico [9].

3.4 Medición de dureza Vickers

Se realizaron mediciones de dureza Vickers en toda la cápsula de acero inoxidable, desde el extremo de la cápsula pasando por la ZF, ZAC hasta llegar al MB, para comparar las variaciones pre y posteriores al sometido de la pieza al proceso de soldadura.

El ensayo consistió en aplicar y comprimir progresivamente la probeta, bajo la acción de una carga estática de 50 gr. empleando como cuerpo indentador un diamante tallado en forma de pirámide cuadrangular de 136° entre caras. Debido a la forma del indentador, la huella de cada ensayo en la probeta fue un cuadrado, Figura 7, cuya diagonal se midió empleando un microscopio partiendo de la ZAC hasta el MB. Cada valor de dureza local se obtuvo usando el valor promedio de las diagonales correspondientes.

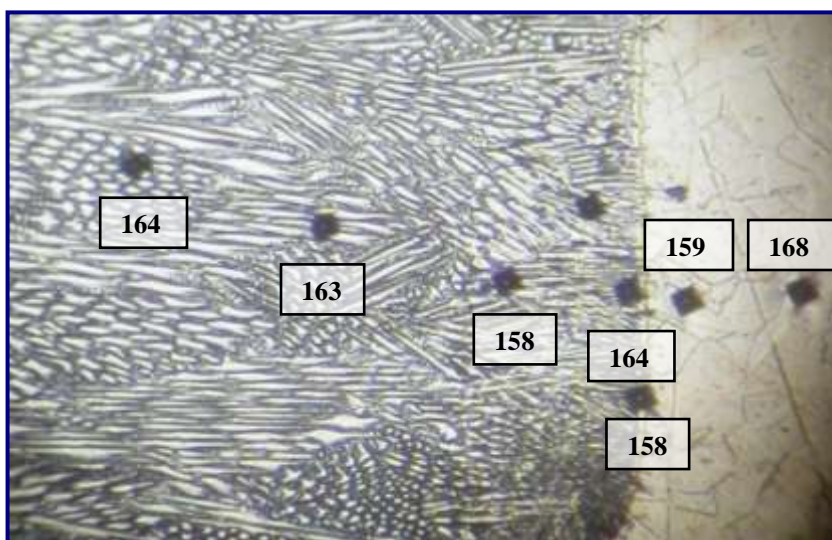


Figura 7. Imagen de la interfaz dendrítica-granular de la cápsula de acero inoxidable AISI 316L, y las improntas efectuadas con el indentador. Se indican los valores locales de microdureza Vickers.

Conocida la longitud de la diagonal, la dureza se obtuvo directamente de la tabla de dureza Vickers, Tabla 5.

Tabla 5. Medidas de dureza Vickers en la ZAC, ZF y MB.

Medición Dureza Vickers										
Posición	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
VHN	168	161	164	164	163	158	164	158	159	168

Del análisis de los valores de dureza Vickers, se aprecia que no hay variaciones significativas de la dureza; por lo tanto es posible confirmar que no hubo modificación de las propiedades mecánicas del material, debidas al proceso de soldadura.

4. CONCLUSIONES

Se desarrolló una metodología para producir cápsulas de acero inoxidable austenítico AISI 316L de pequeñas dimensiones especialmente confeccionadas para su posterior empleo como barrera de protección radiológica, alojando matrices vítreas para braquiterapia.

Metalográficamente:

- ♦ La caracterización químico-morfológica del material en estudio, permitió observar una microestructura de granos equiaxiales austeníticos, característicos de este tipo de acero.
- ♦ El análisis químico de las distintas zonas afectadas por el calor, evidencia homogeneidad en la composición del material luego del proceso de soldadura, sin observarse particular enriquecimiento catiónico.
- ♦ En la interfaz dendrítica-granular se pudo apreciar un gradual aumento de la naturaleza dendrítica.
- ♦ De los ensayos de microdureza se determinó que no hay variaciones significativas de la dureza ni alteraciones de las propiedades mecánicas del material, debidas al proceso de soldadura.

Ensayos en plasma sanguíneo simulado:

- * Se observaron pequeños precipitados, particularmente en los extremos de las cápsulas (debido a la mayor rugosidad generada por la soldadura), ricos principalmente en calcio y fósforo, siendo estos elementos componentes del FBS.
- * No se observan productos de corrosión ni deterioro del metal base, luego de los ensayos en plasma simulado realizados sobre las cápsulas estudiadas.

REFERENCIAS

1. J. M. Rincón López, F. Martínez Ruiz. “Los vidrios y materiales vitrocerámicos como implantes quirúrgicos”; Rev. Esp. de Cir. Ost., 19, (1984), p. 77-95.
2. L. M. Rodríguez Milián, “Aceros Inoxidables para implantes ortopédicos utilizados en la industria ORTOP-RALCA del CCOI “FRANK PAÍS”; Anales VII Congreso de la Sociedad Cubana de Bioingeniería. Habana 2007. (artículo en acta de congreso).
3. Implantes Quirúrgicos. Productos de base metálica. Internacional Standard. ISO 5832-1. (1997).
4. Dionicio Padilla, Eusebio. “Aplicaciones de los Aceros Inoxidables”. Revista del Instituto de Investigación de la Facultad de Ingeniería Geológica, Minera, Metalúrgica y Geográfica. Jul. (1999), Vol. 2, No.3, p.11-21. ISSN 1561-0888.
5. Smith, W. F, “Fundamentos de la Ciencia e Ingeniería de Materiales”, 2da Editorial Madrid (España): McGraw-Hill, (1994).
6. Ester Pastor. “Contribución al Estudio del Comportamiento de Silicio Poroso Nanoestructurado en FBS para el Desarrollo de Nuevos Materiales Biocompatibles y Biodegradables”. Tesis Doctoral Dpto. Física Aplicada, Universidad Politécnica de Valencia, Valencia (2008).
7. T. Kokubo, H. Kushitani, S. Sakka, T. Kitsugi, T. Yamamuro, Journal of Biomedical Materials Research, 24, 117, 1971.
8. T. Kokubo, H. Kushitani, S. Sakka, T. Kitsugi, T. Yamamuro. J. Biomed. Mater. Res. 24, 721, (1990).
9. K. Easterling, “Introduction to the Physical Metallurgy of Welding”, 1983, London, Butterworths.
10. S. A. David, J. M. Vitek, “Correlation between solidification parameters and weld microstructures”, International Materials Reviews, (1989), 34-(5), pp. 213-245.