مجله مهندسی مکانیک مدرس، اسفند 1395، دوره 16، شماره 12، ص‌ص 605-611

ماهنامه علمی پژوهشی

مهندسی مکانیک مدرس

mme.modares.ac.ir

تولید میکرولوله فوق ریزدانه منیزیمی با استفاده از فرایند ترکیبی تغییر شکل پلاستیک شدید برای کاربردهای پزشکی

حسین کاظمی مهرآبادی[1]، قادر فرجی[2*]، سهیل امانی[1]، مراد کریم‌پور[2]، حسین قنبری[3]

1- دانش‌آموخته کارشناسی ارشد، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران

2- استادیار، مهندسی مکانیک، دانشگاه تهران، تهران

3- استادیار، دانشکده فناوری‌های نوین پزشکی، دانشگاه علوم پزشکی تهران، تهران

* تهران، صندوق پستی 566-11152، ghfaraji@ut.ac.ir

اطلاعات مقاله

مقاله پژوهشی کامل

دریافت: 20 مهر 1395

پذیرش: 17 آبان 1395

ارائه در سایت: 05 دی 1395

کلید واژگان:

میکرولوله

استنت

زیست‌تخریب‌پذیر

پرس در کانال زاویه‌دار مساوی

میکرو اکستروژن

چکیده

در سال‌های اخیر آلیاژهای منیزیم به عنوان گزینه‌ی مناسبی برای ماده اولیه استنت‌های وریدی زیست‌تخریب‌پذیر مورد توجه قرار گرفته‌اند. شکل دادن آلیاژهای منیزیم به دلیل کارپذیری پایین آن‌ها در دمای اتاق مشکل می‌باشد. لذا این مسأله مشکل تکنولوژیکی را در ساخت میکرولوله اولیه برای استنت زیست‌تخریب‌پذیر ایجاد می‌کند. با توجه به قابلیت زیست سازگاری بالای آلیاژ منیزیم WE43 جهت کاربرد در ساخت استنت زیست‌تخریب‌پذیر، این ماده به صورت خام با ساختار ریختگی انتخاب شد. در این مطالعه به منظور بهبود خواص مکانیکی و حصول یک میکرولوله از روش ترکیبی پرس در کانال زاویه‌دار مساوی به همراه اکستروژن و میکرواکستروژن استفاده شد و میله‌های منیزیمی WE43 به میکرولوله‌های با کیفیت بالا با ساختار فوق ریزدانه تبدیل شدند. میله ریزدانه آلیاژ WE43 از طریق یک پاس فرایند پرس در کانال زاویه‌دار مساوی حاصل شد و سپس بیلت منیزیمی فرآیند شده به میله‌ای با قطر 5 میلی‌متر اکسترود می‌شود. نهایتاً با استفاده از فرایند میکرو اکستروژن میکرولوله‌هایی فوق ریزدانه و مستحکم با قطر خارجی 3.4 میلی‌متر و ضخامت 0.25 میلی‌متر به صورت موفقیت‌آمیز تولید شدند. فرایندهای مذکور با استفاده از شبیه‌سازی المان محدود شبیه‌سازی شدند. نتایج نشان داد اندازه دانه منیزیم به طور قابل‌ملاحظه‌ای پس از این روش ترکیبی کاهش یافته و خواص مکانیکی به طور قابل‌ملاحظه‌ای بهبود یافت.

Fabrication of ultrafine-grained Mg micro tubes using a combined severe plastic deformation process for biomedical application

Hossein Kazemi Mehrabadi[1], Ghader Faraji[1*], Soheil Amani[1], Morad Karimpour[1], Hossein Ghanbari[2]

1- Department of Mechanical Engineering, University of Tehran, Tehran, Iran

2- School of Advanced Technologies in Medicine, Tehran University of Medical Sciences, Tehran, Iran

* P.O.B. 11152-566 Tehran, Iran, ghfaraji@ut.ac.ir

ARTICLE INFORMATION

Original Research Paper
Received 11 October 2016
Accepted 07 November 2016
Available Online 25 December 2016

Keywords:
Micro-tube
Stent
Biodegradable
Equal channel angular pressing
Micro-extrusion

ABSTRACT

In recent years, Mg alloys have received much attention as a promising candidate for raw materials in the biodegradable vascular stent. Forming of Mg alloys is difficult because of poor workability of them at room temperature. Hence this presents a technological barrier to the fabrication of initial micro-tube for a biodegradable stent. About high biodegradability of the magnesium alloy WE43 to manufacture biodegradable stent, it has been selected as initial with cast structure. In this study, for enhancing mechanical properties and attaining micro tube a combination of equal channel angular pressing (ECAP) with extrusion and micro extrusion was used, and Mg bars were fabricated to high-quality micro-tubes with refined microstructure. Fine-grained billets of the WE43 alloy were obtained by ECAP through one pass. The processed Mg bar was extruded into a bar 5 mm in diameter. Finally, a UFG and high strength microtubes with an outside diameter of 3.4mm and a wall thickness of 0.25mm were successfully produced by a micro extrusion process. Mentioned processes were simulated using finite element (FE) simulations. The result shows the grain size of Mg incredibly reduced after this combined method and mechanical properties were significantly improved.

1- مقدمه

منیزیم و آلیاژهای آن به دلیل قابلیت سازگاری مناسب با بدن، مقاومت به خوردگی خوب و خواص مکانیکی مناسب به عنوان موادی مناسب در ساخت استنت‌های زیست‌تخریب‌پذیر کاربرد زیادی پیدا کرده‌اند. در حال حاضر سالانه بیش از سه میلیون عمل پیوند استنت برای عروق آسیب‌دیده انجام می‌شود [2,1]. به طور کلی استنت‌ها برای ترمیم و گشودگی عروق گرفته شده استفاده می‌شوند [3]. از این رو استنت‌های زیست‌تخریب‌پذیر می‌توانند بر اثرات نامطلوبی مانند لخته شدن خون در عروق که معمولاً توسط

Please cite this article using:

برای ارجاع به این مقاله از عبارت ذیل استفاده نمایید:

H. Kazemi Mehrabadi, Gh. Faraji, S. Amani, M. Karimpour, H. Ghanbari, Fabrication of ultrafine-grained Mg micro tubes using a combined severe plastic deformation process for biomedical application, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 16, No. 12, pp. 605-611, 2016 (in Persian)

استنت‌های دائم از قبیل آلیاژ نیکل-تیتانیم و فولاد ضدزنگ ایجاد می‌شود، جلوگیری کند [4]. همچنین خواص استنت مستقیماً به میکرولوله‌ای بستگی دارد که استنت از آن ساخته می‌شود، بنابراین نوع آلیاژ منیزیم انتخاب شده و خواص مکانیکی و مقاومت خوردگی میکرولوله اولیه بسیار مهم می‌باشد [5]. به هر حال، ساخت میکرولوله منیزیمی با خواص مکانیکی بالا، خواص زیستی مطلوب و ابعاد دقیق به دلیل کارپذیری پایین آلیاژ منیزیم در دمای محیط مشکل می‌باشد [6]. همچنین نرخ خوردگی بالا می‌تواند باعث از دست رفتن ناگهانی خواص مکانیکی استنت شود. مؤثرترین راه برای بهبود خواص مکانیکی اضافه کردن عناصر خاصی مانند Li و عناصر کمیاب خاکی به آلیاژهای منیزیم می‌باشد [7-9]. از طرفی گزارش شده است که عناصری مانند کلسیم، روی و منگنز با درصدهای متوسط اثرات مضری برای بدن ندارند، حتی این عناصر برای متابولیسم بدن ضروری هستند [10,3]، درحالی‌که اگر عناصری از قبیل آلومینیوم، ایتریوم که برای بهبود استحکام و مقاومت به خوردگی به آلیاژهای تجاری منیزیم اضافه می‌شوند با نرخ بالایی در بدن آزاد شده و باعث ایجاد اثرات نامطلوبی در بدن می‌شوند [11-13]. در این پژوهش از آلیاژ منیزیم WE43 که دارای عناصر کمیاب خاکی و فاقد آلومینیوم است، استفاده می‌شود. راه دیگر برای بهبود خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی در آلیاژهای منیزیم بهبود ریزساختار به کمک فرایندهای تغییر شکل پلاستیک شدید[1] (SPD) می‌باشد [14]. با ساختارهای فوق ریزدانه که توسط فرایندهای SPD ایجاد می‌شود، خواص مکانیکی لوله‌های از جنس آلیاژ منیزیم به طور قابل‌ملاحظه‌ای بهبود پیدا می‌کند و حتی مقاومت به خوردگی بایو می‌تواند تا حد مناسبی افزایش یابد [15]. در نهایت بهبود این خواص‌ها باعث افزایش کیفیت استنت تولیدی می‌شود. فرجی و همکارانش موفق شدند با چند پاس از فرایند فشردن در کانال زاویه‌دار لوله‌ای[2] (TCAP) لوله‌ی فوق ریزدانه از آلیاژ منیزیم AZ31 تولید کنند [16]. مطالعات اخیر توسط لوپز و همکاران نشان می‌دهد که مقاومت به خوردگی در آلیاژ منیزیم AZ31 با ریزدانه شدن ساختار توسط فرایند پرس در کانال زاویه‌دار بهبود پیدا می‌کند [17]. علاوه بر این ساختار میکرولوله تأثیر قابل‌ملاحظه‌ای روی خواص مکانیکی [18] و مقاومت به خوردگی [19] دارد. ودانی و همکارانش به کمک فرایند پرس در کانال زاویه‌دار برابر[3] ECAP و اکستروژن لوله‌های ریزدانه تولید کردند و با فرایند ماشین‌کاری میکرولوله‌های با قطر 2.4 و ضخامت 0.4 میلی‌متر تولید کردند [15].

با وجود اهمیت بالای میکرولوله‌های منیزیمی هنوز تحقیقات کمی در این زمینه صورت گرفته است. در این پژوهش از فرایند ECAP که یک فرایند موفق تغییر شکل پلاستیک شدید می‌باشد [20]، برای تولید میله فوق ریزدانه اولیه از آلیاژ منیزیم WE43 استفاده می‌شود. در این مقاله یک فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید ترکیبی برای ساخت میکرو لوله فوق ریزدانه استحکام بالا شامل فشار در کانال زاویه‌دار مساوی، اکستروژن گرم، سوراخ‌کاری و میکرو اکستروژن ارائه می‌گردد. فرایندهای مذکور جهت طراحی قالب و انتخاب تجهیزات مناسب با روش اجزاء محدود شبیه‌سازی می‌شوند. قالب‌های مناسب طراحی و ساخته شده و آزمایش‌های تجربی به منظور ساخت میکرو لوله فوق ریزدانه فوق مستحکم انجام می‌گیرند. نهایتاً میکرولوله‌ای با کیفیت بالا و بدون ترک تولید شده و میکرو ساختار و خواص مکانیکی در کلیه مراحل مورد بررسی قرار می‌گیرند.

[1] Severe Plastic Deformation
[2] Tubular Channel Angular Pressing (TCAP)
[3] Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

2- آزمایش‌های تجربی

2-1- فرآیندهای تولید میکرولوله

در این پژوهش از آلیاژ منیزیم WE43 با ترکیب Y3.7-4.3%، RE2.4-4.4%، Zr0.4% به عنوان ماده اولیه استفاده شد. این آلیاژ دارای قابلیت زیستی بالا، خواص مکانیکی کافی و خواص خوردگی مناسب برای کاربردهای پزشکی می‌باشد [22,21]. نمونه‌ی استوانه‌ای از آلیاژ منیزیم We43 ریختگی با قطر 10 میلی‌متر و طول 7 سانتی‌متر با ماشین‌کاری از بلیت اولیه تهیه شد. تمامی قالب‌ها از جنس فولاد گرم‌کار H13 ساخته شدند. به این منظور پس از فرایند تراشکاری، قالب‌ها عملیات حرارتی شدند و سختی 53 راکول حاصل شد. سپس با فرایند سنگ‌زنی کیفیت و دقت لازم در هر قالب حاصل شد. سنبه‌ی قالب‌ها نیز به صورت آماده از جنس فولاد گرم H13 انتخاب شد و با سنگ‌زنی به ابعاد مورد نیاز رسانده شدند.

نمونه استوانه‌ای ساخته شده با استفاده از فرایند پرس در کانال زاویه‌دار مساوی (ECAP) تحت تغییر شکل پلاستیک شدید قرار گرفت. قالب ECAP با قطر کانال 10 میلی‌متر، زاویه داخلی 90 درجه و زاویه انحنای خارجی 20 درجه مورد استفاده قرار گرفت. شکل 1 قالب ECAP ساخته شده را نشان می‌دهد. قالب ECAP با استفاده از هیتر الکتریکی تا دمای 320 درجه سانتی‌گراد گرم شد و فرایند در این دما انجام شد.

قطر میله ECAP شده با استفاده از فرایند اکستروژن گرم مستقیم با نسبت 4:1 در دمای 330 درجه سانتی‌گراد به 5 میلی‌متر کاهش یافت، سپس با استفاده از فرایند ماشین‌کاری به لوله‌هایی با قطر خارجی 5 میلی‌متر و طول 1 سانتی‌متر تبدیل شدند. شکل 2 قالب اکستروژن ساخته شده را نشان می‌دهد. همچنین به منظور حذف پیچ و مهره و جلوگیری از

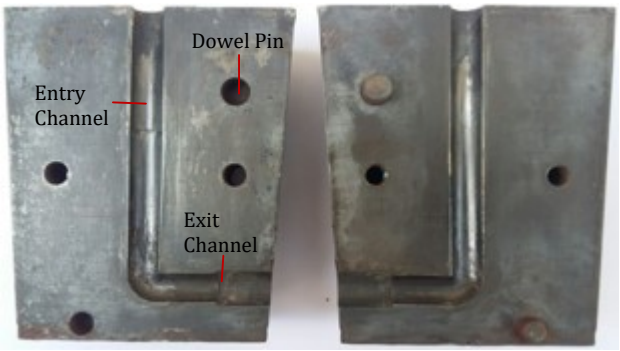

Fig. 1 ECAP Die

شکل 1 قالب پرس در کانال زاویه‌دار برابر (ECAP)

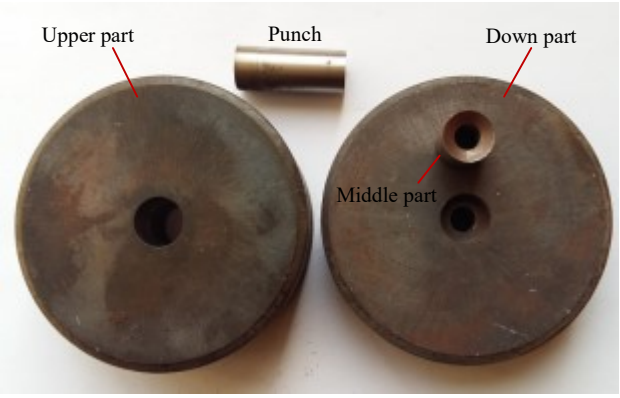

Fig. 2 Extrusion die

شکل 2 قالب اکستروژن

شکل‌گیری پلیسه از یک تیکه واسط (قطر داخلی 5 میلی‌متر) استفاده شد تا منطقه شکل‌دهی را بالاتر ببرد. زوایه قالب اکستروژن برابر با 70 درجه در نظر گرفته شد.

در نهایت با استفاده از فرایند میکرو اکستروژن[1] (ME) با نسبت تقریبی 6:1 در دمای 320 درجه سانتی‌گراد لوله‌ای با قطر خارجی 3.4 میلی‌متر و ضخامت 250 میکرون تولید شد. شکل 3 اجزای قالب میکرو اکستروژن ساخته شده را نشان می‌دهد. اصول این فرایند مشابه فرایند اکستروژن می‌باشد. در واقع قطر خارجی و ضخامت لوله با عبور از حفره کوچک‌تر کاهش پیدا می‌کند در حالی که سنبه قطر داخلی لوله را ثابت نگه می‌دارد. همانند فرایند اکستروژن برای حذف پلیسه از یک تیکه واسط استفاده شد. در این مرحله به منظور کنترل بهتر روی فرایند اکستروژن و جلوگیری از آسیب رسیدن به قالب سرعت پیشروی پرس برابر 0.5 میلی‌متر بر دقیقه انتخاب شد، همچنین با افزایش زاویه قالب نیروی اکستروژن کاهش پیدا می‌کند، اما زاویه 90 درجه منجر به ایجاد ناحیه مرده در منطقه تغییر شکل می‌شود به همین دلیل زاویه قالب‌های اکستروژن برابر 70 درجه انتخاب شد. شماتیک فرایندهای انجام شده برای ساخت میکرولوله در شکل 4 نشان داده شده است. در تمامی فرایندها از دی سولفید مولیبدن[2] به عنوان روان‌کار استفاده شد.

برای انجام فرایند ECAP و اکستروژن از یک پرس 100 تنی استفاده شد. همچنین برای انجام فرایند میکرو اکستروژن به منظور کنترل بهتر روی فرایند از یک پرس دستی 2 تن استفاده شد (شکل 5)

2-2- آنالیز ساختار

برای مشاهده ریزساختار نمونه‌های فرایند شده پس از فرایند ECAP و اکستروژن از مقطع عرضی برش خوردند و در داخل رزین اپوکسی مانت سرد شدند، سپس با استفاده از برگ سمباده‌های سیلیکونی تا شماره 3000 سمباده زده شدند و سپس با خمیر پولیش جلاسنج پولیش شدند. در نهایت با استفاده از محلول 10 میلی‌گرم پیکریک اسید، 70 میلی‌گرم اتانول، 10 میلی‌گرم آب مقطر و 10 میلی‌گرم استیک اسید در مدت زمان کوتاهی 5 تا 20 ثانیه اچ شدند [23]. برای مشاهده ساختار از میکروسکوپ نوری استفاده شد.

برای مشاهده ساختار و بررسی خواص میکرولوله‌ها، ابتدا از هر دو مقطع عرضی و طولی برش خوردند و در داخل رزین اپوکسی مانت سرد شدند. سپس با استفاده از برگ سمباده‌های سیلیکونی تا شماره 5000 سمباده زده شده و سپس با خمیر الماس پولیش شدند. در نهایت با محلول نایتال دو درصد در مدت زمان 5 تا 30 ثانیه اچ شدند. برای مشاهده ساختار از میکروسکوپ نوری استفاده شد.

3-2- بررسی خواص مکانیکی

به منظور ارزیابی خواص مکانیکی میله‌ی خام و فرایند شده از دستگاه تست کشش دو تنی SANTAM در دمای محیط استفاده شد. نمونه‌های تست کشش مطابق استاندارد ASTM E8M-00b آماده شده و تحت سرعت کشش 0.5 میلی‌متر بر دقیقه در دمای محیط تحت آزمایش کشش قرار گرفتند. به دلیل محدودیت ابعادی جهت انجام آزمایش کشش، برای ارزیابی خواص مکانیکی میکرولوله‌ها تنها از آزمایش میکروسختی استفاده شد. به منظور انجام تست میکروسختی میکرولوله‌ها در جهت طولی و عرضی برش خوردند و سپس مانت شدند و با سمباده تا شماره 5000 پولیش شدند تا هر گونه لایه اکسیدی از بین برود. سپس برای هر نمونه 5 تست انجام شد و میانگین آن به عنوان معیار در نظر گرفته شد

3- شبیه‌سازی اجزای محدود

به منظور شبیه‌سازی فرایند ECAP ابتدا قطعات با استفاده از نرم افزار سه بعدی کتیا[3] مدل شدند و سپس وارد نرم افزار آباکوس[4] شدند. برای مش زدن قطعه‌کار از 30000 المان سه بعدی 4 وجهی استفاده شد. سرعت سنبه متحرک برابر با 10 میلی‌متر در دقیقه در نظر گرفته شد. فرایندهای اکستروژن و میکرو اکستروژن لوله در شرایط تقارن محوری[5] با استفاده از نرم افزار آباکوس شبیه‌سازی شدند. برای مش زدن بیلت در قالب اکستروژن و میکرو اکستروژن از 9000 و 6000 المان 4 وجهی استفاده شد. همچنین سرعت حرکت سنبه در قالب اکستروژن 5 میلی‌متر در دقیقه و در قالب اکستروژن 1 میلی‌متر در دقیقه فرض شد. در هر سه مدل‌سازی قالب و سنبه به صورت قطعات صلب در نظر گرفته شدند. بلیت اولیه به صورت ماده شکل‌پذیر در نظر گرفته شد و خواص مکانیکی و فیزیکی آلیاژ منیزیم WE43 در جدول 1 آورده شده است [24]. به علت تغییر شکل زیاد از تکنیک مش‌بندی تطبیقی[6] جهت مش‌بندی مجدد اتوماتیک استفاده شد. میزان ضریب اصطکاک بیلت با قالب‌ها برابر 0.1 در نظر گرفته شد. شبیه‌سازی‌های المان محدود به منظور امکان‌پذیری فرایندها صورت گرفت تا از عدم تغییر شکل پلاستیک قالب‌ها و سنبه‌ها اطمینان حاصل شده و نیروهای هر یک از فرایندها جهت طراحی قالب‌ها محاسبه گردد.

4- نتایج و بحث

شکل 6 نیروهای مربوط به هر فرایند را نشان می‌دهد. بر اساس محاسبات

جدول 1 خواص آلیاژ منیزیم WE43

Table 1 Properties of WE43 Mg alloy

پارامتر	مقدار
استحکام تسلیم	150 مگاپاسکال
مدول الاستیسیته (E)	43 گیگاپاسکال
چگالی (ρ)	1.84 گرم/ سانتی‌متر^3
ضریب پوانسون (υ)	0.33
استحکام نهایی	220 مگاپاسکال

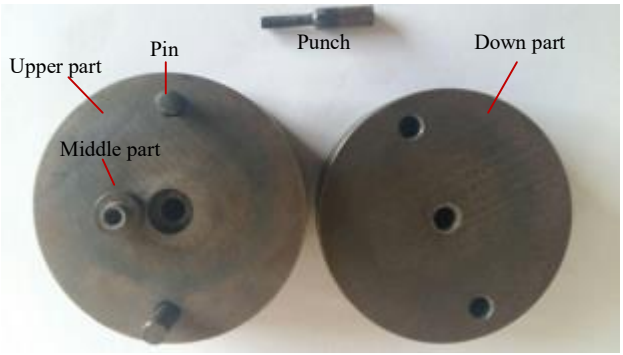

Fig. 3 Micro extrusion Die

شکل 3 قالب میکرو اکستروژن

[1] Micro Extrusion (ME)
[2] MoS_2

[3] Catia
[4] Abaqus/Explicit
[5] Abaqus/Explicit
[6] Adaptive meshing

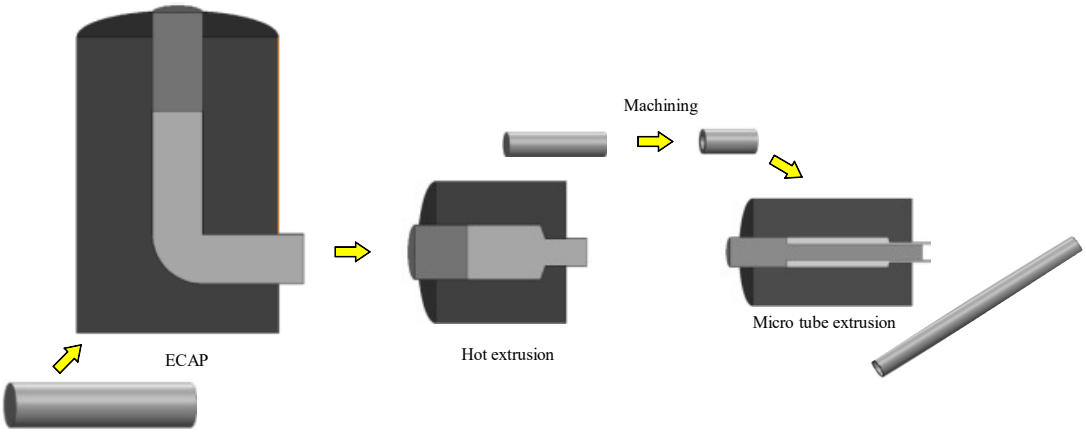

Fig. 4 Schematic illustration of the forming processes for the fabrication of seamless micro-tubes

شکل 4 نمای کلی از مراحل شکل‌دهی برای تولید میکرولوله

طراحی قالب، با توجه به اینکه قالب‌ها و سنبه‌های مورد استفاده استحکام تسلیمی در محدوده 900-1200 مگاپاسکال دارند، میزان تنشی که در قالب‌ها و سنبه‌ها ایجاد می‌شود کمتر از این محدوده می‌باشد؛ بنابراین تمامی فرایندها بدون تغییر شکل پلاستیک قالب و سنبه انجام می‌شود. البته بعد از فرایند ECAP استحکام ماده افزایش پیدا خواهد کرد، بنابراین ضریب اطمینان 2 در طراحی قالب و سنبه در نظر گرفته شد. نتایج تجربی نشان می‌دهد، حداکثر نیروی پرس در فرایند ECAP برابر 35 کیلو نیوتن، فرایند اکستروژن 25 کیلو نیوتن و در فرایند میکرو اکستروژن 10 کیلو نیوتن می‌باشد، این نیروها کم‌تر از نیروهای پیش‌بینی شده می‌باشد و انطباق نسبتاً مناسبی با حداکثر نیروهای پیش‌بینی شده دارند.

شکل 7 تصاویر نمونه‌ی خام و ECAP شده را نشان می‌دهد. همان‌طور که مشاهده می‌شود پلیسه در ناحیه درز قالب شکل گرفته است. شکل 8 تصاویر لوله ریزدانه و میکرولوله فوق ریزدانه پس از فرایند میکرواکستروژن ساخته شده از آلیاژ منیزیم WE43 را نشان می‌دهد. میکرولوله تولید شده فاقد هر گونه ترک و عیب ظاهری می‌باشد. همچنین بررسی‌ها نشان می‌دهد میکرولوله از توزیع ضخامت یکنواخت، دقت ابعادی مناسب و صافی سطح مطلوبی برخوردار است. تلورانس ابعادی میکرولوله که در جدول 2 خلاصه شده است که در محدوده 4 درصد است. برای تولید میکرولوله با طول بیشتر یا استفاده از آلیاژ منیزیمی که استحکام بیشتری داشته باشد، نیروی وارد به سنبه افزایش پیدا می‌کند و باعث می‌شود سنبه یا قالب دچار شکست شده یا باعث از دست رفتن دقت قالب می‌شود. از آنجایی که دقت ابعادی قالب به دلیل ضخامت میکرونی لوله بسیار بالا می‌باشد لذا طراحی و ساخت آن اهمیت بسیار بالایی دارد.

شکل 9 منحنی‌های تنش-کرنش حقیقی حاصل از آزمایش کشش نمونه‌های فرایند شده و خام را در دمای محیط نشان می‌دهد. همان‌طور که انتظار می‌رفت منحنی‌ها انعطاف‌پذیری بیشتری را پس از فرایند ECAP و اکستروژن نسبت به نمونه اولیه نشان می‌دهند. همچنین استحکام ماده‌ی

Fig. 5 Press for micro extrusion and die setup.

شکل 5 پرس برای فرایند میکرو اکستروژن

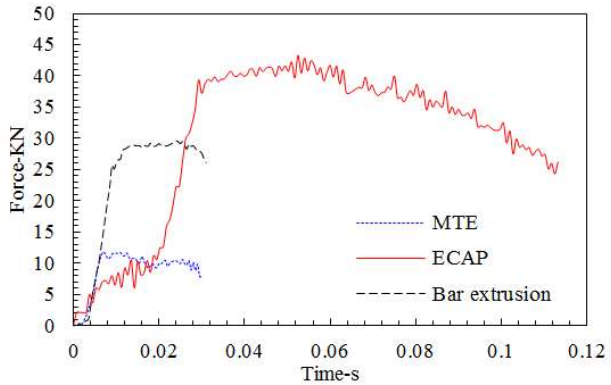

Fig. 6 Required processes load predicted using finite element (FE) simulations

شکل 6 نیروی مورد نیاز فرایندها، پیش‌بینی شده با شبیه‌سازی اجزا محدود

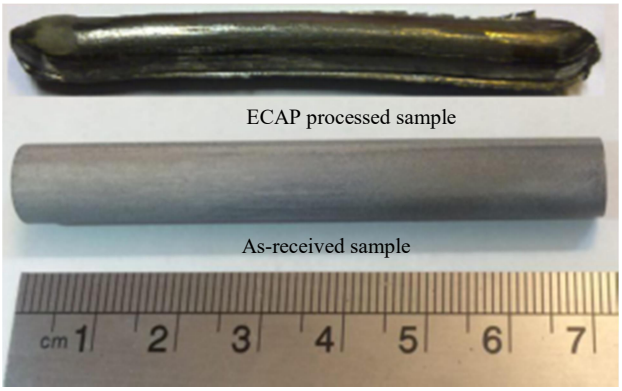

Fig. 7 As received and ECAPed specimens

شکل 7 عکس نمونه خام و ECAP شده

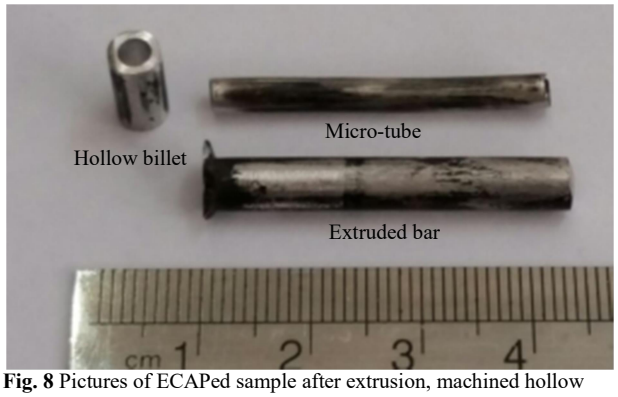

Fig. 8 Pictures of ECAPed sample after extrusion, machined hollow billet and UFG micro-tube processed by micro extrusion

شکل 8 تصاویر لوله ریزدانه اولیه و میکرولوله فوق ریزدانه پس از فرایند میکرواکستروژن

جدول 2 تلرانس ابعادی میکرولوله (قطر خارجی 3.4 میلی‌متر و ضخامت 0.25 میلی‌متر)

Table 2 Dimensional accuracy of micro-tube (outer diameter=3.4 mm, thickness=0.25 mm)

	تلرانس ابعادی (%)
ضخامت	5
قطر خارجی	1
قطر داخلی	0.4

خام پس از فرایند ECAP و اکستروژن به طور قابل‌ملاحظه‌ای افزایش یافته است. این افزایش استحکام می‌تواند به دلیل کرنش سختی که در فرایند ECAP رخ می‌دهد، باشد [25]. شکل 10 استحکام نهایی، استحکام تسلیم و ازدیاد طول نمونه خام، ECAP شده و اکسترود شده را در مقایسه با یکدیگر نشان می‌دهد. افزایش قابل توجه استحکام کششی و ازدیاد طول ماده بعد از اکستروژن می‌تواند به دلیل از بین رفتن عیوبی مانند ترک و حفره باشد که در مراحل قبلی در ماده ایجاد شده است، باشد.

شکل 11 تست سختی ماده‌ی خام و ECAP شده و همچنین میکرولوله تولید شده با ماده‌ی خام و ECAP شده را نشان می‌دهد. نتایج نشان می‌دهد که سختی ماده بعد از فرایندهای ECAP و اکستروژن افزایش پیدا می‌کند. همچنین میکرولوله‌ای که با استفاده از ماده‌ی ECAP شده تولید می‌شود، دارای سختی بالاتری نسبت به میکرولوله‌ای است که با ماده‌ی خام تولید

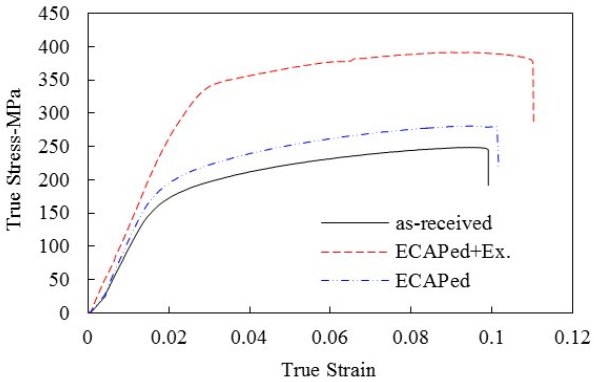

Fig. 9 True stress-stain curves of as received sample, one pass Ecaped sample and Ecaped sample after extrusion

شکل 9 منحنی‌های تنش و کرنش حقیقی نمونه خام، نمونه یک پاس ECAP شده و نمونه‌ی ECAP بعد از اکستروژن

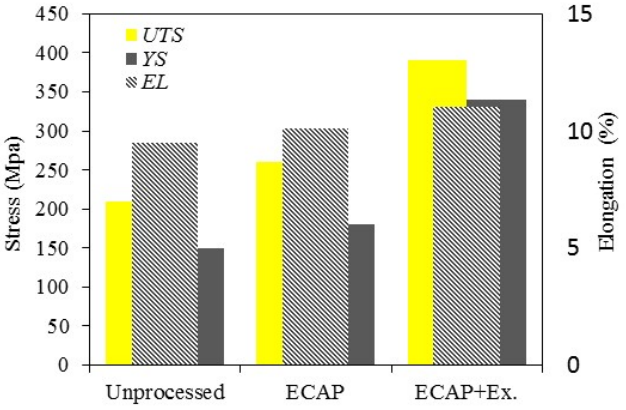

Fig. 10 True stress-stain diagram of as received, ECAP processed and ECAP+Extruded sample.

شکل 10 نمودار تنش و کرنش حقیقی نمونه خام، نمونه یک پاس ECAP شده و نمونه‌ی ECAP اکسترود شده

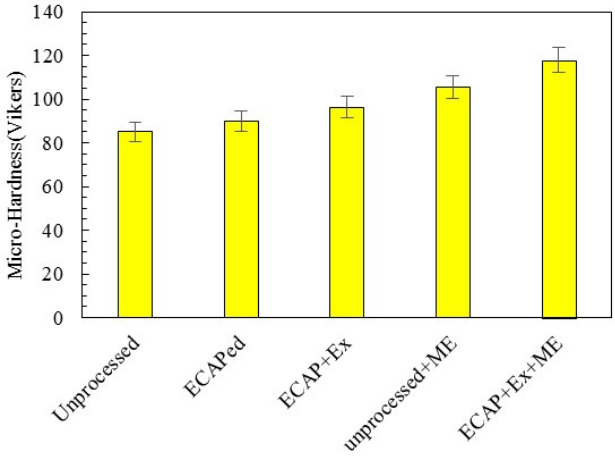

Fig. 11 Micro-hardness test results for all samples

شکل 11 نتایج آزمایش میکرو سختی همه نمونه‌ها

شده است. این افزایش قابل توجه سختی می‌تواند به دلیل ریز دانه شدن ماده باشد، چرا که استحکام و سختی موادی با ساختار HCP مانند منیزیم وابستگی زیادی به اندازه‌ی دانه‌های آن‌ها دارد [26]. همچنین سختی میکرولوله‌ها در راستای عرضی و طولی از یکنواختی خوبی برخوردار است و تنها 5 درصد مقدار متوسط پراکندگی دارد.

شکل 12 ریزساختار مقطع عرضی ماده خام، ECAP شده و میکرولوله‌ها را نشان می‌دهد. شکل 12- الف ریزساختار ماده‌ی خام را نشان می‌دهد، نقاط مشکی فازهای دارای عناصر خاکی هستند، متوسط اندازه دانه‌ها 200 میکرون می‌باشد که بعد از فرایند ECAP اندازه‌ی دانه‌های خام اولیه به 50 میکرون کاهش یافته است. شکل 12- ب نمونه ECAP شده را نشان می‌دهد. شکل 12- ج میکرولوله‌ای که با ماده‌ی خام تولید شده است را نشان می‌دهد که دارای اندازه‌ی دانه 40 میکرون می‌باشد؛ همچنین کشیدگی دانه‌ها در جهت اکستروژن کاملاً مشخص است. شکل 12- د میکرولوله‌ای که با ماده‌ی یک پاس ECAP تولید شده است را نشان می‌دهد که دارای اندازه دانه 5-6 میکرون می‌باشد. این مسأله تأثیر فرایند ECAP را در کاهش اندازه دانه‌های میکرولوله‌ی پایانی نشان می‌دهد. هر چند به دلیل بالا بودن دمای انتخاب شده برای فرایند ECAP به منظور غلبه بر کارپذیری پایین آلیاژ منیزیم WE43، کاهش اندازه‌ی دانه‌ها بعد از فرایند ECAP قابل‌توجه نمی‌باشد.

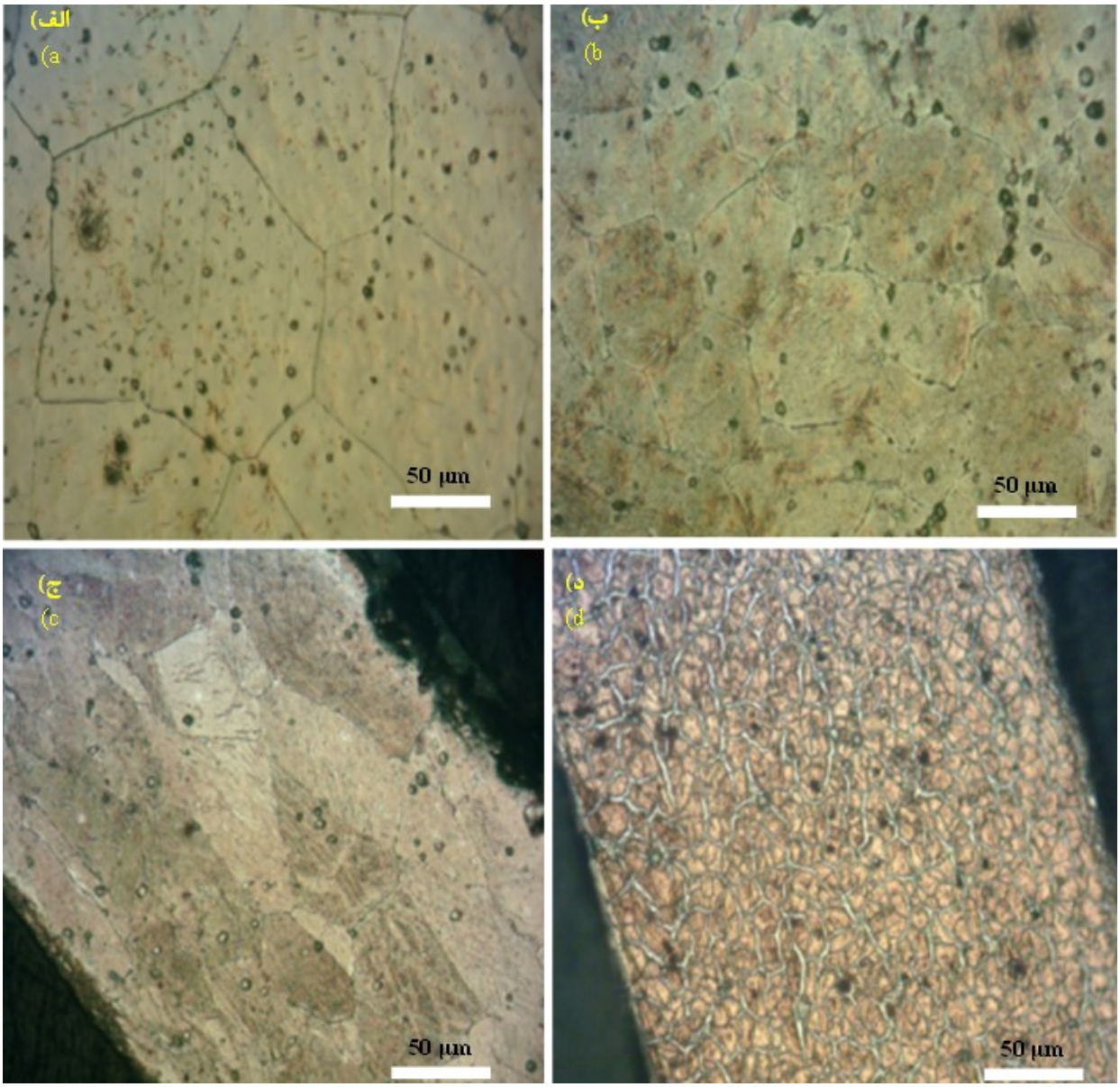

Fig. 12 Optical Microscopy microstructures of a) As received b) ECAPed c) Micro-tube fabricated from As received metal d) Micro-tube fabricated from ECAP+Extrusion processed samples.

شکل 12 تصاویر میکروسکوپی ریزساختار الف) نمونه خام ب) نمونه‌ی ECAP شده ج) میکرولوله میکرواکسترود شده مستقیماً از ماده خام د) میکرولوله ت میکرواکسترود شده از ماده ECAP و اکسترود شده

5- نتیجه‌گیری

یک فرایند مناسب برای تولید میکرولوله‌های با کیفیت بالا و بدون ترک برای کاربرد در استنت بیان شد. آلیاژ منیزیم WE43 به عنوان ماده‌ی بایو استفاده شد و توسط ترکیب فرایند ECAP و اکستروژن به میکرولوله‌ای با ابعاد مناسب تبدیل شد. به طور کلی نتایج زیر حاصل شد:

- از فرایند ECAP برای کاهش اندازه‌ی دانه‌های بلیت خام آلیاژ منیزیم WE43 استفاده شده و اندازه دانه‌ها از متوسط 250 میکرون به 60 میکرون کاهش یافت.
- میکرولوله‌ای از جنس آلیاژ منیزیم WE43 با قطر خارجی 3.4 میلی‌متر و ضخامت 250 میکرون به صورت موفقیت‌آمیز تولید شد.
- بررسی ریزساختار نشان می‌دهد که اندازه‌ی دانه‌های میکرولوله بعد از یک پاس فرایند ECAP از 50 میکرون به 6-8 میکرون کاهش یافته است.
- سختی و استحکام ماده خام بعد از فرایند ECAP و اکستروژن افزایش یافته است، همچنین میکرولوله تولید شده با بلیت ریزدانه سختی بالاتری دارد.

6- مراجع

[1] H. M. van Beusekom, P. W. Serruys, Drug-eluting stent endothelium: presence or dysfunction, *JACC: Cardiovascular Interventions,* Vol. 3, No. 1, pp. 76-77, 2010.
[2] H. Zahedmanesh, H. Van Oosterwyck, C. Lally, A multi-scale mechanobiological model of in-stent restenosis: Deciphering the role of matrix metalloproteinase and extracellular matrix changes, *Computer methods in biomechanics and biomedical engineering*, Vol. 17, No. 8, pp. 813-828, 2014.
[3] H. Hermawan, D. Dubé, D. Mantovani, Developments in metallic biodegradable stents, *Acta biomaterialia,* Vol. 6, No. 5, pp. 1693-1697, 2010.
[4] G. Mani, M. D. Feldman, D. Patel, C. M. Agrawal, Coronary stents: a materials perspective, *Biomaterials,* Vol. 28, No. 9, pp. 1689-1710, 2007.
[5] F. Liu, C. Chen, J. Niu, J. Pei, H. Zhang, H. Huang, G. Yuan, The processing of Mg alloy micro-tubes for biodegradable vascular stents, *Materials Science and Engineering: C,* Vol. 48, pp. 400-407, 2015.

[6] L. Wang, G. Fang, L. Qian, S. Leeflang, J. Duszczyk, J. Zhou, Forming of magnesium alloy microtubes in the fabrication of biodegradable stents, *Progress in Natural Science: Materials International,* Vol. 24, No. 5, pp. 500-506, 2014.

[7] M. Leeflang, J. Dzwonczyk, J. Zhou, J. Duszczyk, Long-term biodegradation and associated hydrogen evolution of duplex-structured Mg–Li–Al–(RE) alloys and their mechanical properties, *Materials Science and Engineering: B,* Vol. 176, No. 20, pp. 1741-1745, 2011.

[8] Y. Wang, S. Guan, X. Zeng, W. Ding, Effects of RE on the microstructure and mechanical properties of Mg–8Zn–4Al magnesium alloy, *Materials Science and Engineering: A,* Vol. 416, No. 1, pp. 109-118, 2006.

[9] F. Feyerabend, J. Fischer, J. Holtz, F. Witte, R. Willumeit, H. Drücker, C. Vogt, N. Hort, Evaluation of short-term effects of rare earth and other elements used in magnesium alloys on primary cells and cell lines, *Acta Biomaterialia,* Vol. 6, No. 5, pp. 1834-1842, 2010 .

[10] L. Xu, G. Yu, E. Zhang, F. Pan, K. Yang, In vivo corrosion behavior of Mg-Mn-Zn alloy for bone implant application, *Journal of Biomedical Materials Research Part A,* Vol. 83, No. 3, pp. 703-711, 2007.

[11] R. Zeng, W. Dietzel, F. Witte, N. Hort, C. Blawert, Progress and challenge for magnesium alloys as biomaterials, *Advanced Engineering Materials,* Vol. 10, No. 8, pp. B3-B14, 2008.

[12] C. Yuen, W. Ip, Theoretical risk assessment of magnesium alloys as degradable biomedical implants, *Acta Biomaterialia,* Vol. 6, No. 5, pp. 1808-1812, 2010.

[13] X.-N. Gu, Y.-F. Zheng, A review on magnesium alloys as biodegradable materials, *Frontiers of Materials Science in China,* Vol. 4, No. 2, pp. 111-115, 2010.

[14] A. Yamashita, Z. Horita, T. G. Langdon, Improving the mechanical properties of magnesium and a magnesium alloy through severe plastic deformation, *Materials Science and Engineering: A,* Vol. 300, No. 1, pp. 142-147, 2001.

[15] Q. Ge, D. Dellasega, A. G. Demir, M. Vedani, The processing of ultrafine-grained Mg tubes for biodegradable stents, *Acta biomaterialia,* Vol. 9, No. 10, pp. 8604-8610, 2013.

[16] G. Faraji, P. Yavari, S. Aghdamifar, M. M. Mashhadi, Mechanical and microstructural properties of ultra-fine grained az91 magnesium alloy tubes processed via multi pass tubular channel angular pressing (tcap), *Journal of Materials Science & Technology,* Vol. 30, No. 2, pp. 134-138, 2014.

[17] M. Alvarez-Lopez, M. D. Pereda, J. Del Valle, M. Fernandez-Lorenzo, M. Garcia-Alonso, O. A. Ruano, M. Escudero, Corrosion behaviour of AZ31 magnesium alloy with different grain sizes in simulated biological fluids, *Acta Biomaterialia,* Vol. 6, No. 5, pp. 1763-1771, 2010.

[18] W. Kim, S. Hong, Y. Kim, S. Min, H. Jeong, J. Lee, Texture development and its effect on mechanical properties of an AZ61 Mg alloy fabricated by equal channel angular pressing, *Acta Materialia,* Vol. 51, No. 11, pp. 3293-3307, 2003.

[19] R. Xin, Y. Luo, A. Zuo, J. Gao, Q. Liu, Texture effect on corrosion behavior of AZ31 Mg alloy in simulated physiological environment, *Materials Letters,* Vol. 72, pp. 1-4, 2012

[20] P. Mahhadi Keshtiban, M. Zadshakouyan, G. Faraji, Optimization of geometrical parameters of equal channel multi-angular pressing process, *Modares Mechanical Engineering*, Vol. 16, No. 2, pp. 275-282, 2016. (in Persian فارسی)

[21] W. Jin, G. Wu, A. Gao, H. Feng, X. Peng, P. K. Chu, Hafnium-implanted WE43 magnesium alloy for enhanced corrosion protection and biocompatibility, *Surface and Coatings Technology*,Vol. 306, pp. 11-15, 2016.

[22] G. Manivasagam, S. Suwas, Biodegradable Mg and Mg based alloys for biomedical implants, *Materials Science and Technology*, Vol. 30, No. 5, pp. 515-520, 2014.

[23] J. E. Catalano, L. J. Kecskes, *A Generic Metallographic Preparation Method for Magnesium Alloys*, DTIC Document, pp. 2013.

[24] G. Jiacheng, W. Qiang, W. Yong, L. Wei, N. Wenjuan, Microstructure and kinetics of hot deformation WE43 magnesium alloy, *Rare Metals,* Vol. 27, No. 4, pp. 405-409, 2008.

[25] M. Reihanian, R. Ebrahimi, N. Tsuji, M. Moshksar, Analysis of the mechanical properties and deformation behavior of nanostructured commercially pure Al processed by equal channel angular pressing (ECAP), *Materials Science and Engineering: A,* Vol. 473, No. 1, pp. 189-194, 2008.

[26] G. Faraji, M. Mashhadi, H. Kim, Microstructure inhomogeneity in ultra-fine grained bulk AZ91 produced by accumulative back extrusion (ABE), *Materials Science and Engineering: A,* Vol. 528, No. 13, pp. 4312-4317, 2011.