

Reinforcement of Magnesium-Matrix Biocomposites with Hydroxyapatite during Severe Plastic Deformation

Seyed Ashkan Ghoreishizade, Hadi Allaei Oregani, Mohammad Sedighi*

Department of Mechanical Engineering, Iran University of Science and Technology, Tehran, Iran

* sedighi@iust.ac.ir

ABSTRACT

Currently, magnesium-matrix biocomposites have garnered significant attention in medical applications, such as orthopedics and cardiovascular implants, owing to their biocompatibility, biodegradability, and the elimination of secondary surgeries for implant removal. However, the inherent mechanical weaknesses of these composites necessitate post-processing modifications to enhance their strength. Equal Channel Angular Pressing (ECAP), a prominent Severe Plastic Deformation (SPD) technique, facilitates grain refinement and improves the mechanical properties of materials. Therefore, this research investigates the effect of the ECAP process on the microstructure and mechanical properties of a Magnesium/2.5 wt.% Hydroxyapatite (Mg/HA) biocomposite. The specimens were initially fabricated using the magneto-mechanical stirring casting method, followed by two stages of hot extrusion. Subsequently, the samples underwent the ECAP process at 325°C using Route B_c with a die angle of $\phi = 90^\circ$. The results demonstrate that increasing the number of process passes leads to significant grain refinement, resulting in the formation of nanometric-scale grains. Improvements in mechanical strength by 33% and 15%, as well as microhardness increases of 50% and 25%, were observed compared to pure magnesium and the double-extruded Mg/HA biocomposite, respectively.

KEYWORDS

Magnesium Biocomposite, Hydroxyapatite reinforcement, equal-channel angular pressing (ECAP), mechanical properties, microstructure.

1. Introduction

Magnesium-based biocomposites are considered promising candidates for medical implants owing to their unique properties, including low density, high specific strength, excellent biocompatibility, and a Young's modulus that closely matches that of human bone[1]. Hydroxyapatite (HA), which possesses a chemical and crystalline structure analogous to that of natural bone, serves as an ideal reinforcing agent for magnesium, significantly enhancing its biocompatibility with bone tissue[2]. Another approach to enhancing the mechanical properties of magnesium involves the application of plastic deformation, particularly through Severe Plastic Deformation (SPD) techniques, among which Equal Channel Angular Pressing (ECAP) is a prominent example[3]. The addition of hydroxyapatite, followed by two passes of the hot extrusion process, led to an enhancement in the microstructure, mechanical properties, and fatigue life[4]. In comparing magnesium-matrix composites reinforced with 2.5 and 5 wt.% HA, it has been reported that while increasing the number of hot extrusion passes enhances grain refinement, mechanical properties, and corrosion resistance, elevating the reinforcement content to 5 wt.% diminishes the strengthening efficiency relative to the 2.5 wt.% composition. This reduction is attributed to the increased likelihood of particle agglomeration and the subsequent weakening of the interfacial bonding between the reinforcement and the matrix. Consequently, a 2.5 wt.% HA concentration is identified as an optimal or near-optimal value, providing an ideal balance between grain refinement, mechanical reinforcement, and corrosion stability in magnesium-based biocomposites[5].

2. Methodolog

Magnesium ingots were prepared, and natural hydroxyapatite (HA) powder was synthesized from bovine bone. To eliminate the organic components, the bone was heated at 200°C for 24 hours, followed by calcination at 900°C for 2 hours. The resulting HA powder was then sieved through a 500 μm mesh. To incorporate the reinforcement, 2.5 wt.% of the HA powder was placed into pre-drilled holes within pure magnesium sections. Magneto-mechanical stir casting was selected for the fabrication of the biocomposite due to its simplicity, industrial scalability, and capability to achieve a relatively uniform distribution of reinforcement particles in the magnesium melt. Initially, the chamber was evacuated to prevent oxidation, and pre-heating was performed at 360°C for 1.5 hours. Subsequently, high-purity argon gas (99.99%) was introduced into the furnace, and the temperature was

maintained at 770°C for 45 minutes. This was followed by mechanical stirring at 2200 rpm for 5 minutes, and then magnetic stirring until reaching the solidification temperature of 650°C to ensure proper powder dispersion within the matrix. The composite was then air-cooled to room temperature. To eliminate casting-induced defects and enhance mechanical properties, a two-stage hot extrusion process with ratios of 5:1 and 4:1 was conducted at 350°C. Finally, the samples were subjected to ECAP at 325°C via Route B_C, utilizing a die with an internal angle of $\phi = 90^\circ$ and an outer curvature angle of $\psi = 30^\circ$.

To investigate the microstructure, the specimens were mounted, ground with silicon carbide papers, and polished. Subsequently, the samples were etched using a picric acid solution and examined via optical microscopy (OM). Uniaxial tensile and compression tests were conducted under quasi-static conditions using a SANTAM STM-50 universal testing machine, in accordance with ASTM-E8 and ASTM-E9 standards, respectively, at a constant strain rate of 1 mm/s. Furthermore, Vickers microhardness measurements were performed at five equidistant points along the cross-sectional radius, from the surface to the center. A load of 2 N was applied for a dwell time of 10 seconds. To ensure the accuracy and reliability of the data, all tests were repeated three times, and the results are reported as the average values.

3. Discussion and Results

In Figures 1 and 2, the optical microscopy (OM) analysis reveals that SPD leads to substantial grain refinement. Consequently, the grain size is significantly reduced after each pass of the ECAP process. This phenomenon is attributed to the 90° rotation of the specimen between successive passes, which continuously alters the active shear planes. This process promotes the fragmentation of the initial grain structure and facilitates the formation of UFG and nanometric structures, ultimately resulting in enhanced strength and improved mechanical properties.

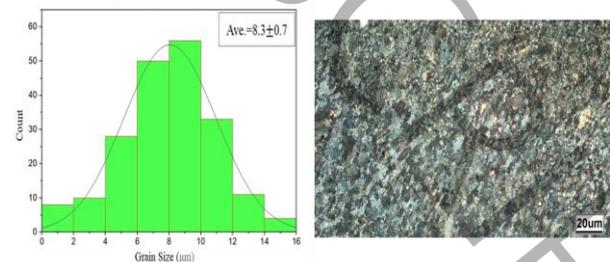


Fig. 1. OM image of the grain structure for the single-pass ECAP

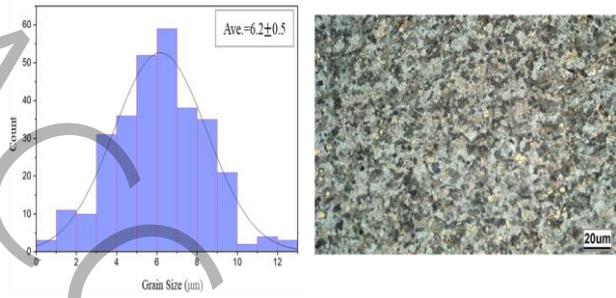


Fig. 2. OM image of the grain structure for the second-pass ECAP

The uniaxial tensile test results, as shown in Figure 3, indicate that both yield strength and ultimate tensile strength (UTS) increase following each process pass. Specifically, the yield strength of the magnesium alloy increased from 130 MPa to 213 MPa, while the UTS rose from 210 MPa to 265.71 MPa after two passes of the ECAP process. The enhancement in the biocomposite's strength is attributed to grain size reduction, grain boundary strengthening, and the achievement of a uniform reinforcement distribution within the microstructure. Furthermore, the limited number of available slip systems at room temperature and the activation of dislocations on basal slip planes contribute to the improved properties. In Route B_C, the 90° rotation activates a set of intersecting shear planes; with an increasing number of passes, this facilitates the fragmentation of prior preferred orientations (textures) rather than strengthening them, ultimately leading to a more homogeneous and equiaxed microstructure[6].

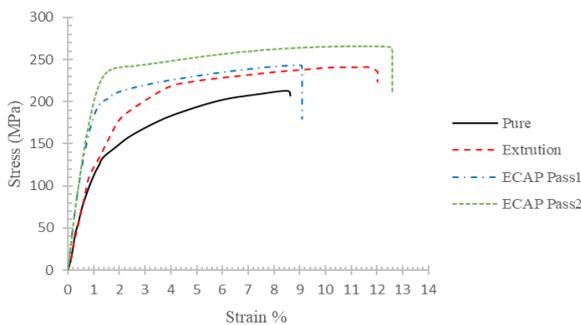


Fig. 3. Uniaxial tensile test data

The results of the uniaxial compression tests at room temperature, as illustrated in Figure 4, indicate that the reduction in grain size and the increase in dislocation density enhance the material's resistance to plastic deformation. Consequently, the compressive strength increased from 254 MPa to 336 MPa. During compressive deformation, the lattice structure undergoes slip and potentially facilitates the formation of kink bands within the microstructure. The concave-upward (S-shaped) behavior observed in the stress-strain curves signifies the dominance of extension

twinning as a primary deformation mechanism during the compression tests[7].

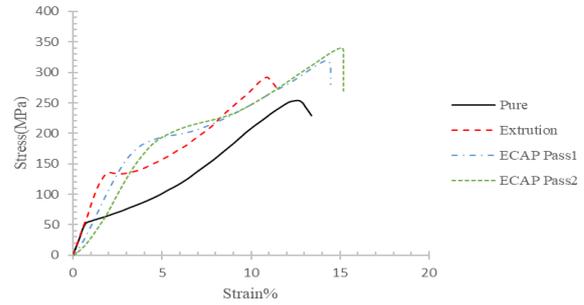


Fig. 4. Uniaxial compression test data

The homogeneity of the material can be evaluated by examining the local microhardness values across the cross-section of the specimens, as shown in Figure 5. As expected, the ECAP process increased the microhardness of the biocomposite from 39.9 HV in pure magnesium to 78.4 HV after two passes. Due to the varying strains applied to the specimen during metal forming processes, the hardness values fluctuate depending on the specific location within the sample. Strain hardening resulting from the ECAP process, increased dislocation density, grain refinement, and the improved distribution of reinforcement particles are considered the primary factors contributing to the enhanced hardness of the processed specimens[8].

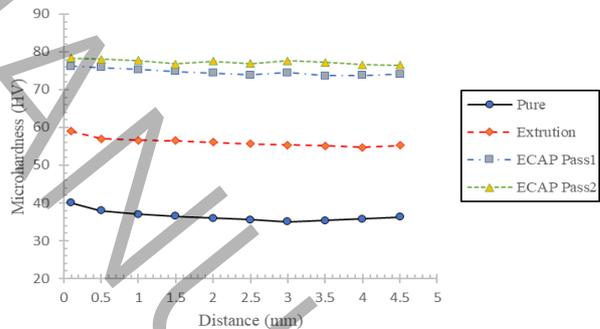


Fig. 5. Microhardness Test Results

4. Conclusion

In this study, the effects of the ECAP process on the mechanical properties and microstructure of a magnesium/2.5 wt.% hydroxyapatite biocomposite were investigated. The results demonstrated that this process is highly effective in enhancing the tensile and compressive strengths, microhardness, and grain refinement (specifically the formation of ultrafine-grained structures) of the biocomposite.

Following two passes of the ECAP process, the tensile strength of the biocomposite exhibited a 64% increase compared to pure magnesium, accompanied by a significant grain size reduction from 34.5 μm to 6.2

μm . Furthermore, the tensile strength after two ECAP passes showed a 15% improvement over the two pass extruded state, with the grain size refining from 12.04 μm to 6.2 μm .

As a result of grain refinement, the compressive strength of the biocomposite after two ECAP passes increased by 26% compared to pure magnesium and by 15% relative to the two pass extruded state. In the microhardness test, the microstructure significantly influenced the hardness of the specimens; specifically, the reduction in grain size led to a 50% increase in hardness compared to pure magnesium and a 25% increase compared to the two pass extruded biocomposite.

5. References

- [1]. V. K. Bommala, M. G. Krishna, and C. T. Rao, Magnesium matrix composites for biomedical applications: A review, *Journal of Magnesium and Alloys*, 7(1) (2019) 72–79.
- [2]. F. Witte et al., Biodegradable magnesium–hydroxyapatite metal matrix composites, *Biomaterials*, 28(13) (2007) 2163–2174.
- [3]. X. Zhang, G. Yuan, L. Mao, J. Niu, P. Fu, and W. Ding, Effects of extrusion and heat treatment on the mechanical properties and biocorrosion behaviors of a Mg–Nd–Zn–Zr alloy, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 7 (2012) 77–86.
- [4]. A. Sabet, A. Jabbari, and M. Sedighi, Microstructural properties and mechanical behavior of magnesium/hydroxyapatite biocomposite under static and high cycle fatigue loading, *Journal of Composite Materials*, 52(13) (2018) 1711–1722.
- [5]. E. Ghazizadeh, A. Jabbari, and M. Sedighi, In vitro corrosion-fatigue behavior of biodegradable Mg/HA composite in simulated body fluid, *Journal of Magnesium and Alloys*, 9(6) (2021) 2169–2184.
- [6]. P. Lukáč and Z. Trojanová, Influence of grain size on ductility of magnesium alloys, *Materials Engineering*, 18(3) (2011) 110–114.
- [7]. W. Yu, H. Zhao, and X. Hu, Anisotropic mechanical and physical properties in textured Ti2AlC reinforced AZ91D magnesium composite, *Journal of Alloys and Compounds*, 732 (2018) 894–901.
- [8]. F. Khorashadizade et al., Overview of magnesium–ceramic composites: mechanical, corrosion and biological properties, *Journal of materials research and technology*, 15 (2021) 6034–6066.

بکارگیری هیدروکسی آپاتایت در استحکام بخشی به بیوکامپوزیت پایه منیزیمی تحت فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید

سیداشکان قریشی زاده، هادی علایی اورگانی، محمد صدیقی*

دانشکده مهندسی مکانیک، دانشگاه علم و صنعت ایران، تهران، ایران
* sedighi@iust.ac.ir

چکیده

امروزه بیوکامپوزیت‌های زمینه منیزیمی به دلیل خواص زیست سازگاری، زیست تجزیه پذیری و همچنین حذف جراحی ثانویه جهت خارج کردن از بدن در کاربردهای پزشکی نظیر ارتوپدی و قلب و عروق به طور ویژه‌ای مورد توجه قرار گرفته است. با این وجود، ضعف خواص مکانیکی این نوع کامپوزیت‌ها، سبب شده است برای افزایش استحکام، فرایندهای اصلاحی بر روی آن‌ها صورت پذیرد. فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار یکی از روش‌های فرایند تغییر شکل پلاستیک شدید، به ریزدانه شدن و بهبود خواص مکانیکی مواد کمک می‌کند. لذا در این پژوهش، به مطالعه فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار بر خواص مکانیکی و ریزساختار بیوکامپوزیت منیزیم/هیدروکسی آپاتایت ۲/۵ درصد وزنی پرداخته شده است. نمونه‌ها ابتدا با استفاده از روش ریخته‌گری همزنی مغناطیسی مکانیکی و پس از آن، دو مرحله فرایند اکستروژن گرم، تحت فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار در دمای ۳۲۵ درجه سانتی‌گراد و روش BC با زاویه $\Phi=90$ مورد آزمایش قرار گرفتند. نتایج نشان می‌دهد با افزایش تعداد پاس‌های فرایند، ساختار ریزدانه شده و دانه‌ها در مقیاس نانومتری تشکیل می‌شوند. بهبود استحکام مکانیکی به میزان ۳۳٪ و ۱۵٪ و همچنین به میزان ۵۰٪ و ۲۵٪ در آزمون میکروسختی به ترتیب نسبت به منیزیم خالص و بیوکامپوزیت منیزیم/هیدروکسی آپاتایت دو مرحله اکستروژن مشاهده گردید.

کلمات کلیدی

بیوکامپوزیت منیزیم، هیدروکسی آپاتایت، فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار، خواص مکانیکی، ریزساختار.

بیوکامپوزیت‌های پایه منیزیم به دلیل خواص منحصر به فرد خود از جمله چگالی پایین، استحکام وزنی مخصوص بالا و زیست تطبیق‌پذیری بسیار خوب با بدن و مدول یانگ نزدیک به استخوان از گزینه‌های مستعد کاشت در بدن می‌باشد [۱]. جهت بهبود خواص مکانیکی منیزیم از کامپوزیت‌سازی با افزودن تقویت‌کننده‌های سرامیکی استفاده شده است که باعث شده امکان جایگزینی کامپوزیت منیزیم کم‌وزن با سایر مواد با خواص مکانیکی بالا وجود داشته باشد [۲]. هیدروکسی آپاتیت^۱ که ساختار شیمیایی و کریستالی شبیه به استخوان بدن دارد، به عنوان یک تقویت‌کننده مناسب برای منیزیم می‌باشد که باعث بهبود خواص زیست‌سازگاری با بافت استخوان می‌گردد [۳]. یکی دیگر از روش‌های بهبود خواص مکانیکی منیزیم، انجام تغییر شکل پلاستیک روی آن می‌باشد. فرایندهای مختلفی مانند اکستروژن، فورج، نورد و فرایندهای تغییر شکل پلاستیک شدید همچون فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار^۲ به جهت بهبود خواص منیزیم مورد توجه قرار گرفته است [۴-۸]. ثابت و همکاران [۹] با افزودن هیدروکسی آپاتیت پس از انجام دو پاس فرایند اکستروژن گرم، به بهبود ریزساختار و خواص مکانیکی و همچنین عمر خستگی دست یافتند. در پژوهش دیگری قاضی‌زاده و همکاران [۱۰] با مقایسه کامپوزیت‌های منیزیم تقویت‌شده با ۲/۵ و ۵ درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت گزارش کردند که اگرچه افزایش تعداد پاس‌های اکستروژن گرم به بهبود دانه‌بندی، خواص مکانیکی و مقاومت به خوردگی منجر می‌شود، اما افزایش مقدار تقویت‌کننده تا ۵ درصد وزنی، به دلیل افزایش احتمال تجمع ذرات و تضعیف پیوند فصل مشترک فلز پایه، موجب کاهش کارایی تقویت نسبت به ترکیب حاوی ۲/۵ درصد وزنی می‌گردد. بر این اساس، مقدار ۲/۵ درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت به‌عنوان یک مقدار بهینه یا نزدیک به بهینه، تعادل مناسبی میان ریزدانه‌سازی، تقویت مکانیکی و پایداری خوردگی در بیوکامپوزیت‌های پایه منیزیمی ایجاد می‌کند. استراسکا و همکاران [۱۱] نشان دادند انجام عملیات متوالی اکستروژن و فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار بر روی آلیاژ منیزیم AZ31 سبب ریزدانه شدن تا ۹۰۰ نانومتر و بهبود خواص مکانیکی می‌شود. مستعد و همکارانش [۱۲] با استفاده از فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار بر روی آلیاژ منیزیم ZK60 توانستند میزان درصد ازدیاد طول را با حفظ استحکام تا دو برابر افزایش دهند. همچنین اعمال فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار به بیوکامپوزیت منیزیم ساخته شده به روش متالورژی پودر، سبب ارتقاء ساختار دانه‌بندی شده که باعث بهبود قابل ملاحظه تنش تسلیم و میکروسختی می‌شود [۱۳]. در مطالعه دیگری بر روی رفتار خوردگی آلیاژ منیزیم AM70 با اعمال فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار نشان داده شد که مقاومت خوردگی در آلیاژ بهتر شده و دلیل آن فوق ریزدانه شدن و شکل‌گیری فاز β در آن می‌باشد [۱۴]. همچنین در پژوهشی مشابه بر روی آلیاژ منیزیم AE42 نشان داده شد پس از ۸ پاس فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار به دلیل وجود لایه ضخیم و ریزدانه شدن و افزایش استحکام، مقاومت به خوردگی افزایش پیدا کرده است [۱۵]. ونتینگ لی و همکاران [۱۶] رفتار مکانیکی منیزیم خالص، منیزیم/کلسیم و منیزیم/استرانسیوم را مورد مطالعه قرار دادند و مشاهده کردند که ۶ پاس فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار، یک روش کارآمد برای بهبود استحکام و شکل‌پذیری آلیاژها، به ویژه برای منیزیم/کلسیم و منیزیم/استرانسیوم است. هوانگ و همکاران [۱۷] کامپوزیت منیزیم/هیدروکسی آپاتیت را تحت فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار در دمای ۳۰۰ درجه سانتی‌گراد مورد مطالعه قرار دادند. آن‌ها دریافتند که کامپوزیت منیزیم/هیدروکسی آپاتیت با ۳ و ۵ درصد وزنی هیدروکسی آپاتیت پس از ۲-۴ پاس دارای بهترین ترکیب شکل‌پذیری و مقاومت فشاری با حداکثر کاهش فشاری و استحکام تسلیم به ترتیب ۱۳٪ و ۲۱۰ مگاپاسکال است. همچنین با بررسی خواص خستگی آلیاژ منیزیم AZ91 مشاهده کردند بهبود خواص مکانیکی پایه و ریزساختار توسط فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار قابل توجه بود [۱۸]. در پژوهش دیگری اکبری‌پناه و همکاران [۱۹] پس از مطالعه تأثیر فرایندهای اکستروژن و پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار بر رفتار خستگی آلیاژ منیزیم AM60 مشاهده کردند هنگامی که آلیاژ اکستروژن شده و سپس در دمای ۲۲۰ درجه سانتی‌گراد تحت فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار قرار می‌گیرد، پس از دو پاس بهبود قابل توجهی حاصل می‌شود. جایاکاسایاکاوین و همکاران [۲۰] با مطالعه اثرات افزودن هیدروکسی آپاتیت بر ریزساختار و خواص مکانیکی

¹ Hydroxy apatite

² Equal Channel Angular Pressing (ECAP)

کامپوزیت های زمینه منیزیم متخلخل دریافتند که افزودن ۹ درصد وزنی هیدروکسی آپاتایت به زمینه منیزیم/آلومنیوم، استحکام فشاری، سختی میکرو و مقاومت در برابر خوردگی کامپوزیت را افزایش داد. کسایان نائینی و همکاران [۲۱] پس از مطالعه ریزساختار، خواص مکانیکی و چقرمگی شکست کامپوزیت زمینه منیزیم تقویت شده با ذرات سرامیکی هیدروکسی آپاتایت برای ایمپلنت های قابل جذب، پس از انجام یک پاس اکستروژن مشاهده کردند با توجه به نتایج آزمایش های مکانیکی، پس از چهار پاس فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار، اگرچه تنش تسلیم فشاری بیوکامپوزیت تغییر معنی داری نداشت، اما بیشترین تنش تسلیم کششی، کشش نهایی و مقاومت فشاری حاصل شد. این پژوهش ها نشان می دهد پس از انجام فرایند دو پاس اکستروژن گرم و سپس فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار، تحقیقات قابل ملاحظه ای بر روی بیوکامپوزیت منیزیم/هیدروکسی آپاتایت ۲/۵ درصد وزنی مشاهده نشده است. در این پژوهش، به بررسی خواص مکانیکی و ریزساختار این بیوکامپوزیت پرداخته شده است و سپس تأثیر مسیر فرایندی پیشنهادی شامل اکستروژن گرم پیش فرایند و اعمال فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار در دمای بهینه ۳۲۵ درجه سانتی گراد بر ریزدانه سازی و بهبود خواص مکانیکی مورد ارزیابی قرار گرفته است.

۲- مواد و روش ها

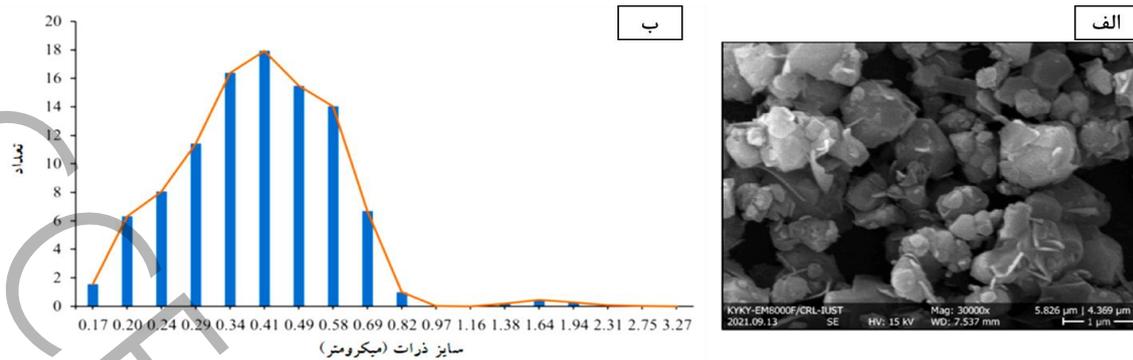
۲-۱- فرایند آماده سازی نمونه ها

شمش منیزیم با ترکیب شیمیایی که در جدول ۱ مشاهده می گردد، تهیه و سپس پودر هیدروکسی آپاتایت به صورت طبیعی از استخوان گاو پس از قرار گرفتن در کوره با دمای ۲۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱ روز و سپس دمای ۹۰۰ درجه سانتی گراد به مدت ۲ ساعت جهت حذف مواد غیر معدنی استخوان فرآوری شده است که پس از کوبش در هاون و آسیاب برقی و عبور از مش ۵۰۰ میکرون، پودر بدست آمد. با توجه به مطالعات صورت گرفته، پودر هیدروکسی آپاتایت با درصد وزنی ۲/۵٪ پس از سوراخ کاری تکه های منیزیم خالص، داخل آن جایگذاری شدند [۹-۱۰]. از ریخته گری اغتشاشی همزنی مکانیکی-مغناطیسی به دلیل سادگی فرایند، قابلیت مقیاس پذیری صنعتی و امکان دستیابی به توزیع نسبتاً یکنواخت ذرات تقویت کننده در مذاب منیزیم برای تولید بیوکامپوزیت استفاده شد. این روش به ویژه برای کامپوزیت های پایه منیزیمی با درصد پایین تقویت کننده، امکان آماده سازی مناسب ماده اولیه پیش از اعمال فرایندهای تغییر شکل پلاستیک شدید مانند فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار را فراهم می کند. ابتدا پس از وکیوم دستگاه جهت جلوگیری از ورود هوا به داخل، در دمای ۳۶۰ درجه سانتی گراد به مدت ۱/۵ ساعت عملیات پیش گرم صورت گرفت. سپس گاز آرگون با خلوص ۹۹/۹۹٪ به محفظه کوره اضافه گردید و در دمای ۷۷۰ درجه سانتی گراد به مدت ۴۵ دقیقه نگهداری شد. پس از آن همزنی مکانیکی به مدت ۵ دقیقه با سرعت ۲۲۰۰ دور بر دقیقه و سپس همزنی مغناطیسی تا دمای ۶۵۰ درجه سانتی گراد (دمای انجماد جهت توزیع پودر داخل منیزیم) انجام شد. نمونه پس از رسیدن به دمای انجماد، در معرض هوا خنک کاری شد تا کامپوزیت بدست آید. جهت از بین بردن عیوب مکانیکی حاصل از ریخته گری و افزایش خواص مکانیکی، فرایند اکستروژن گرم در دو مرحله با نسبت های ۱:۵ و ۱:۴ بر روی نمونه ها در دمای ۳۵۰ درجه سانتی گراد صورت گرفت تا در نهایت قطعه برای فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار آماده شود. شکل ۱ مورفولوژی ذرات هیدروکسی آپاتایت به همراه توزیع ذرات آن با میانگین ۴۲۰ نانومتر نشان می دهد.

جدول ۱ درصد ترکیب شیمیایی شمش منیزیم

Table 1. Chemical Composition of Magnesium

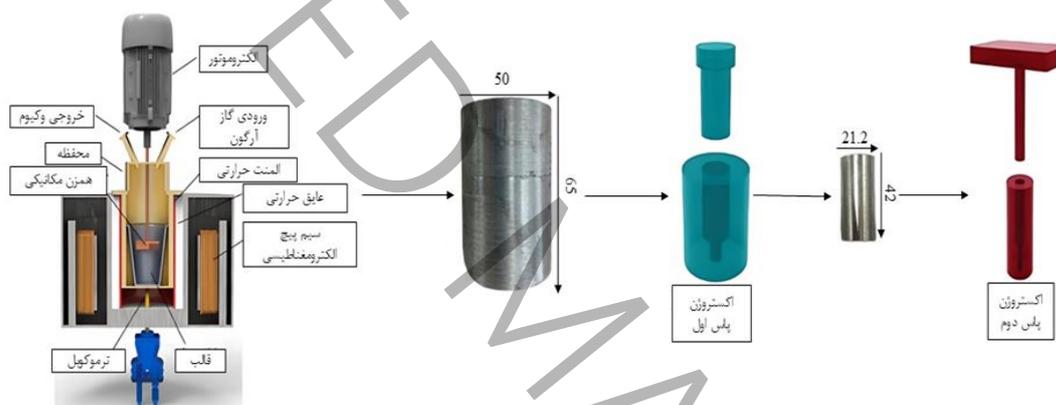
Mg	Al	Si	Fe	Zn	Mn
پایه	۰/۰۵۹	۰/۰۲۱	۰/۰۱۳	۰/۰۱۵	۰/۰۲



شکل ۱ الف) مورفولوژی ذرات هیدروکسی آپاتایت، ب) اندازه ذرات هیدروکسی آپاتایت و توزیع آن

Figure 1. a) Morphology of hydroxyapatite particles; b) Particle size and size distribution of hydroxyapatite

در شکل ۲، توالی مراحل انجام فرایند مورد استفاده در این پژوهش به صورت شماتیک تشریح شده است.

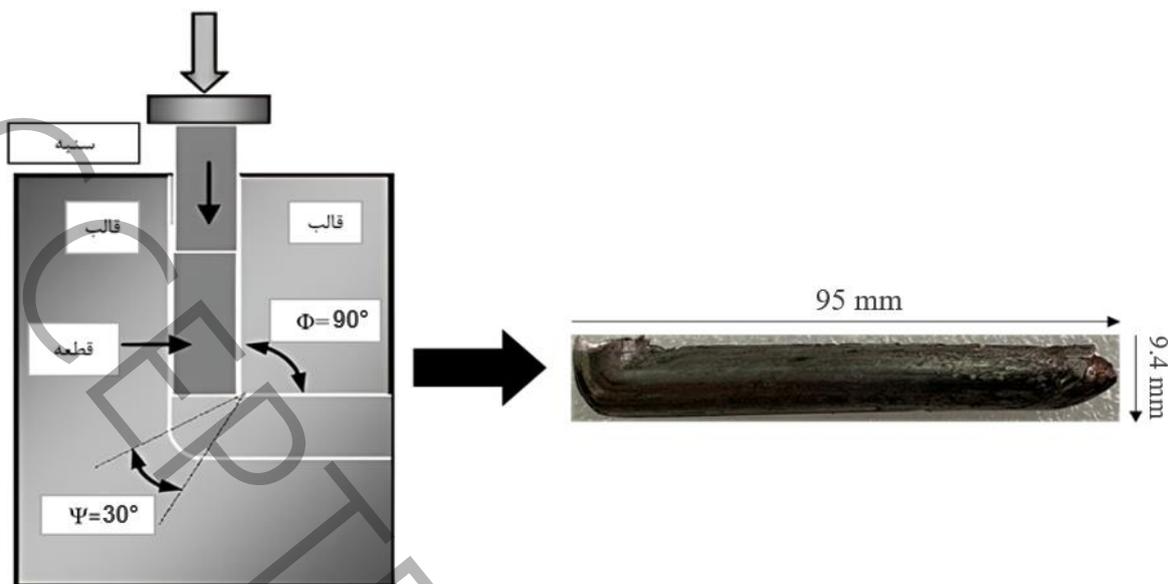


شکل ۲ مراحل آماده سازی نمونه

Figure 2. Specimen Preparation

۲-۲- فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار

نمونه‌ها پس از انجام دو مرحله فرایند اکستروژن گرم، تحت فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار در دو پاس به منظور بهبود خواص قرار گرفتند. تاثیر دما بر روی نمونه‌ها از بازه ۳۰۰ الی ۳۵۰ درجه سانتی گراد بررسی گردید و بهترین نتایج در دمای ۳۲۵ درجه سانتی گراد به ثبت رسید. همچنین دو مسیر BC و C برای انجام فرایند بر روی نمونه‌ها مورد بررسی قرار گرفت. نتایج مقایسه‌ای نشان داد که مسیر BC در مقایسه با مسیر C منجر به ریزدانه‌سازی مؤثرتر، همگن‌تر شدن ریزساختار و بهبود بیشتر خواص مکانیکی در بیوکامپوزیت مورد مطالعه می‌شود. این رفتار به چرخش ۹۰ درجه‌ای نمونه بین پاس‌ها در مسیر BC و فعال‌سازی صفحات برشی متقاطع نسبت داده می‌شود. لذا این فرایند در دمای ۳۲۵ درجه سانتی‌گراد با روش BC (چرخش ۹۰ درجه در هر پاس) با زاویه داخلی قالب $\phi=90^\circ$ و زاویه انحنای بیرونی $\psi=30^\circ$ و نیز با استفاده از پرس ۱۰۰ تنی و در بهترین سرعت جهت عدم وجود ترک و شکستگی در نمونه‌ها صورت پذیرفت. نحوه انجام فرایند مطابق شکل ۳ نشان داده شده است.



شکل ۳ فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار

Figure 3. Equal Channel Angular Pressing Process

۲-۳- بررسی ریزساختار

به منظور بررسی نمونه‌های ساخته شده، ساختار دانه‌بندی نمونه‌ها پس از مانت با استفاده از سنباده‌های ۴۰۰، ۶۰۰، ۸۰۰، ۱۰۰۰، ۱۲۰۰، ۱۵۰۰، ۲۰۰۰، ۲۵۰۰ و ۳۰۰۰ سنباده‌زنی شدند و پس از پولیش، قطعات با محلول پیکریک اسید^۱ اچ شده و مورد بررسی قرار گرفتند. در نهایت با استفاده از میکروسکوپ نوری^۲ بررسی نمونه‌ها صورت پذیرفت.

۲-۴- آزمون‌های مکانیکی

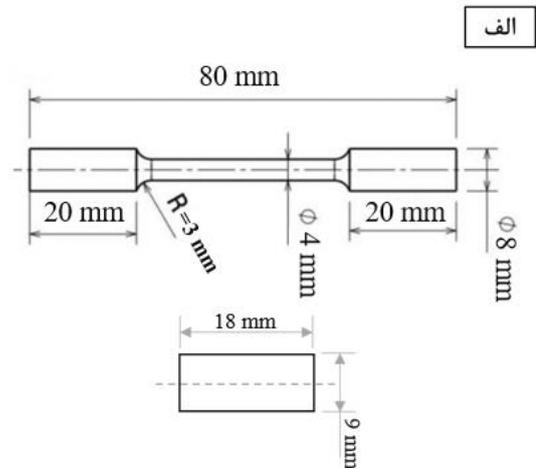
آزمون کشش و فشار تک محوره بر اساس استاندارد انجمن آزمایش و مواد آمریکا^۳ [۲۳، ۲۲] در ابعاد میلی‌متر مطابق شکل ۴ در حالت شبه استاتیکی با استفاده از دستگاه سنتام^۴ با نرخ کرنش ۱ میلی‌متر بر ثانیه بر اساس مطالعات پیشین و مقادیر متداول گزارش شده برای آلیاژها و کامپوزیت‌های پایه منیزیمی صورت گرفت.

¹ C₆H₃N₃O₇

² Optical microscopy (OM)

³ ASTM-E8 , ASTM-E9

⁴ SANTAM STM-50



شکل ۴ الف) هندسه نمونه آزمون کشش و فشار، ب) دستگاه کشش و فشار تک محوره

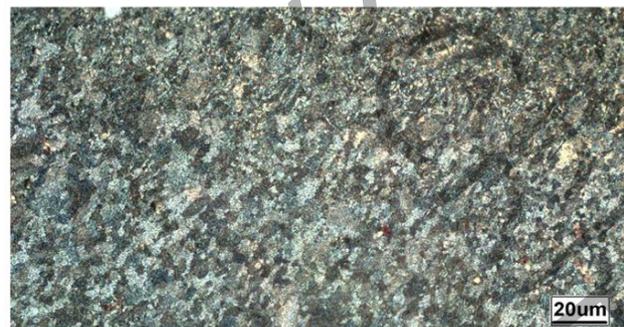
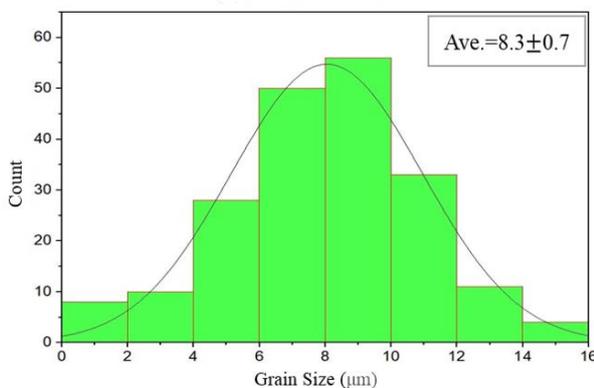
Figure 4. a) Geometry of tensile and compression test specimens, b) Uniaxial tensile and compression testing apparatus

جهت بررسی تاثیر فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار، آزمون میکروسختی نیز در پنج نقطه با فاصله‌های یکسان در جهت عمود بر مقطه نمونه‌ها از سطح تا مرکز مقطع نمونه انجام شد، زیرا تغییرات میکروسختی در فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار عمدتاً در راستای شعاعی و ناشی از توزیع کرنش در مقطع ظاهر می‌شود. در این آزمون با استفاده از دستگاه میکروسختی ویکرز، نیرویی به میزان ۲ نیوتن در مدت زمان ۱۰ ثانیه اعمال گردید. تمامی آزمون‌های مذکور به جهت افزایش دقت و صحت آزمون، سه مرتبه تکرار و نتایج به صورت میانگین گزارش شده است.

۳- بحث و نتایج

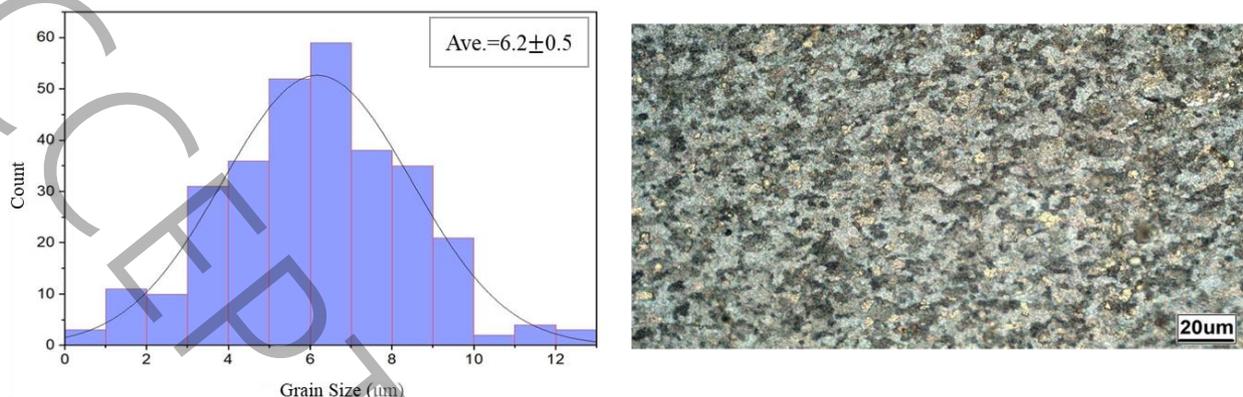
۳-۱- ریزساختار

به منظور درک بهتر خواص مکانیکی، ریزساختار بیوکامپوزیت پایه منیزیمی تحت تاثیر فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار قرار گرفته است. چرا که با توجه به مطالعات پیشین بخش عمده تغییرات ریزساختاری و بهبود خواص مکانیکی در پاس‌های ابتدایی رخ می‌دهد. شکل ۵ و ۶ تصاویر میکروسکوپی و نمودار توزیع دانه‌ها پس از اعمال پاس‌های اول و دوم را نشان می‌دهد.



شکل ۵ تصویر میکروسکوپ نوری از دانه‌بندی نمونه یک پاس فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار به همراه نمودار توزیع اندازه دانه

Figure 5. Optical microscopy (OM) image of the grain structure for the single-pass ECAP-processed sample, along with the corresponding grain size distribution histogram



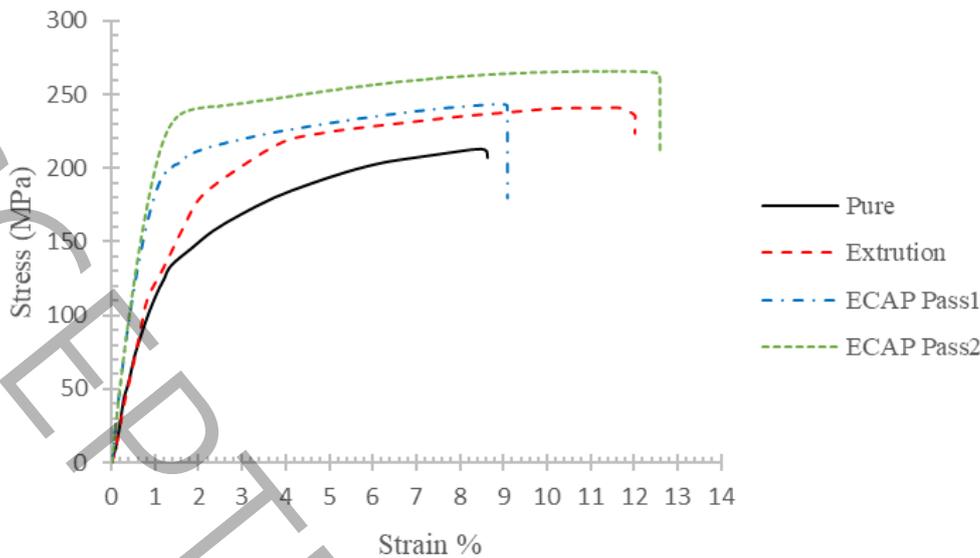
شکل ۶ تصویر میکروسکوپ نوری از دانه‌بندی نمونه دو پاس فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار به همراه نمودار توزیع اندازه دانه

Figure 6. Optical microscopy (OM) image of the grain structure for the second-pass ECAP-processed sample, along with the corresponding grain size distribution histogram

همان گونه که در شکل ۵ و ۶ مشاهده می‌کنید، بررسی ریزساختار و دانه‌بندی در کامپوزیت، می‌تواند دید خوبی از تاثیر ذرات تقویت کننده در کاهش اندازه دانه را نشان دهد؛ به طوری که در حضور ذرات تقویت کننده، اندازه دانه به مراتب کوچکتر شده است. در این تصاویر نقاط سیاه نشانگر تقویت کننده‌ها می‌باشد که در برخی نقاط به صورت رگه و در برخی به صورت حفره دیده می‌شوند که نشانگر انباشت تقویت کننده می‌باشد که به دلیل تمایل بهم چسبیدن ذرات در ابعاد زیر میکرونی در حین فرایند همزنی، داشتن کامپوزیت بدون انباشت تقویت کننده غیرممکن است [۹]. با بررسی تصاویر میکروسکوپ نوری می‌توان به این نتیجه دست یافت که اثر تغییر شکل پلاستیک شدید، دانه‌بندی ریزتر می‌شود. به همین دلیل پس از انجام هر پاس فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار، اندازه دانه‌ها کاهش می‌یابد چرا که در هر پاس از فرایند، قطعه ۹۰ درجه چرخش داشته و صفحات برش تغییر و ساختار دانه‌بندی شکسته و دانه‌های فوق ریز در مقیاس نانومتر تشکیل می‌شوند که سبب بهبود استحکام و خواص مکانیکی می‌شود. با توجه به درصد وزنی نسبتاً پایین هیدروکسی‌آپاتایت (۲/۵٪) و استفاده از ذرات شناخته‌شده و پایدار در فرایند ساخت، انتظار تشکیل فازهای ثانویه یا واکنش‌های فازی جدید در طی فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار وجود نداشته است. از سوی دیگر، این فرایند یک فرایند تغییر شکل جامد بوده و به‌طور معمول منجر به تشکیل فاز جدید در سیستم‌های منیزم/هیدروکسی‌آپاتایت نمی‌شود.

۲-۳- آزمون کشش

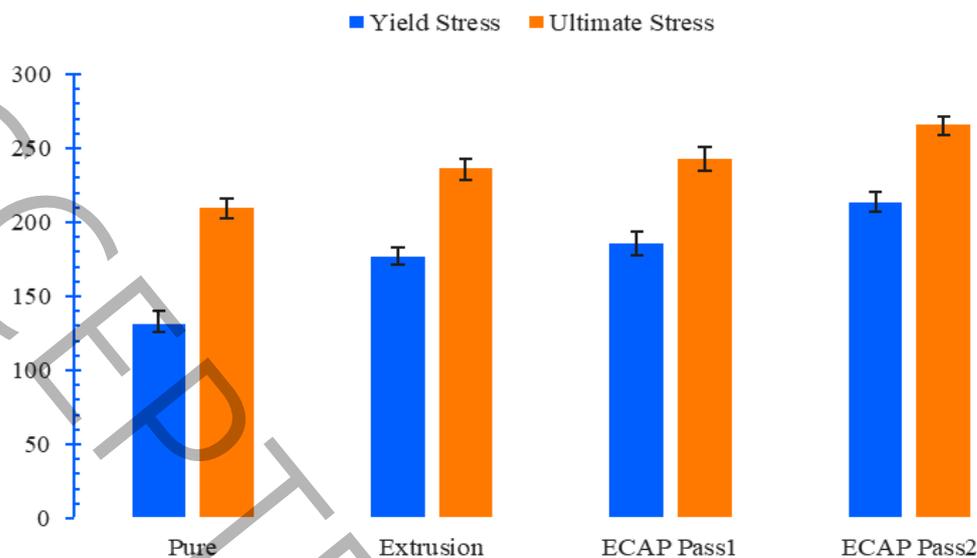
به جهت بررسی خواص مکانیکی نمونه‌ها پس از فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار، آزمون کشش تک محوره مورد بررسی قرار گرفت که نتایج حاصل از این آزمون، در شکل ۷ نمایش داده شده است.



شکل ۷ نتایج آزمون کشش تک محوره

Figure 7. Uniaxial tensile test data

نتایج بدست آمده از آزمون کشش تک محوره مطابق شکل ۷ نشان می‌دهد که پس از انجام هر پاس از فرایند، تنش تسلیم و نهایی قطعه افزایش یافته است. استحکام تسلیم منیزیم از ۱۳۰ مگاپاسکال به ۲۱۳ مگاپاسکال و استحکام نهایی آن از ۲۱۰ مگاپاسکال به ۲۶۵/۷۱ مگاپاسکال پس از انجام دو پاس فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار رسیده است. فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار به علت کاهش اندازه دانه و تقویت مرزدانه‌ها و ایجاد توزیع مناسب تقویت‌کننده در ریزساختار سبب افزایش استحکام بیوکامپوزیت می‌شود. همچنین به علت محدود بودن صفحات لغزش در دمای محیط و فعالیت نابجایی‌ها در صفحات لغزش پایه‌ای خواص افزایش پیدا کرده است. چرخش ۹۰ درجه‌ای در روش B_c، مجموعه‌ای از صفحات برشی متقاطع را در ساختار فعال می‌کند که با افزایش تعداد پاس بجای تقویت جهت‌گیری، به شکستن جهت‌گیری‌های قبلی کمک کرده که در نهایت منجر به ایجاد ساختار همگن می‌شود. با این حال، انحراف محور در کریستال‌های همگراگونال و قرارگیری در جهت مناسب برای لغزش نابجایی‌ها سبب شده تا استحکام افزایش یابد. مهم‌ترین نکته، افزایش کرنش شکست می‌باشد چرا که افزودن تقویت‌کننده هیدروکسی‌آپاتایت، معمولاً کرنش فرایند اکستروژن می‌تواند منجر به افزایش کرنش کششی در اثر بروز پدیده لغزش شود. همچنین ریزدانه شدن منیزیم سبب افزایش لغزش در صفحات می‌شود که در نهایت کرنش را افزایش می‌دهد [۲۴]. لذا می‌توان گفت کامپوزیت‌سازی و همچنین فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار در افزایش استحکام و بهبود خواص کششی تاثیر قابل توجهی دارد. شکل ۸ مقادیر تنش تسلیم و تنش نهایی را برای نمونه‌های مختلف نشان می‌دهد.

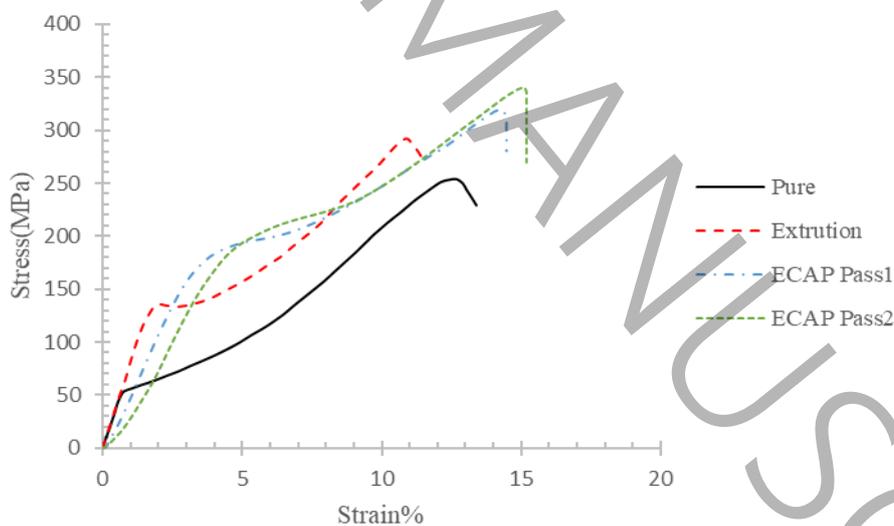


شکل ۸ تنش تسلیم و تنش نهایی آزمون کشش تک محوره

Figure 8. Yield strength and ultimate tensile strength (UTS) derived from uniaxial tensile tests

آزمون فشار

آزمون فشار تک محوره نیز بر روی نمونه‌ها به سبب تاثیر فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار نسبت به منیزیم خالص و منیزیم اکستروود شده مورد بررسی قرار گرفت که نتایج حاصل از این آزمون در شکل ۹ نمایش داده شده است.

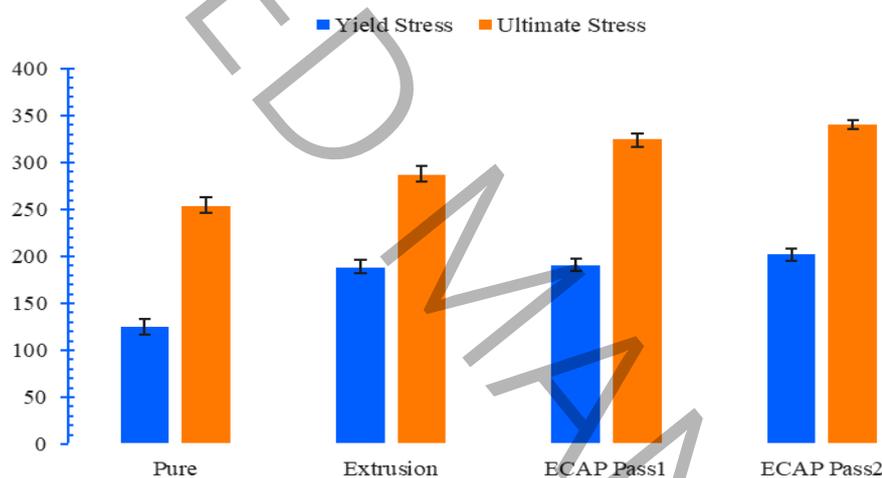


شکل ۹ نتایج آزمون فشار تک محوره

Figure 9. Uniaxial compression test data

نتایج مربوط به آزمون فشار تک محوره در دمای اتاق با توجه به شکل ۹، نشان می‌دهد که منیزیم خالص در این آزمون، دارای مقاومت فشاری ۲۵۴ مگاپاسکالی، بیوکامپوزیت منیزیم اکستروود شده ۲۸۷ مگاپاسکال، بیوکامپوزیت تحت یک پاس فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار ۳۲۷ مگاپاسکال و در نهایت بیوکامپوزیت دو پاس فرایند دارای مقاومت فشاری ۳۳۶ مگاپاسکالی می‌باشد. کاهش اندازه دانه و افزایش چگالی نابجایی‌ها موجب افزایش مقاومت ماده در برابر تغییر شکل پلاستیک می‌شود، در حالی که فعال شدن مکانیزم‌های بازیابی دینامیکی در مراحل اولیه تغییر شکل می‌تواند نرخ کرنش‌سختی را تا حدی کاهش دهد. با این حال، در

فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار اعمال شده در این پژوهش، غلبه پدیده ریزدانه سازی و انباشت نابجایی ها بر بازیابی دینامیکی، منجر به افزایش محسوس استحکام و میکروسختی مشاهده شده گردیده است. در طول تغییر شکل فشاری، ساختار شبکه مانند می لغزد و احتمالاً یک باند پیچشی در ریزساختار ایجاد می کند [۲۵]. رفتار مقعر به سمت بالا در نمودار تنش- کرنش، نشان دهنده غلبه دوقلویی های کششی به عنوان یک مکانیسم تغییر شکل در آزمایش های فشاری است [۲۶]. بنابراین می توان نتیجه گرفت با توجه به جهت بارگذاری و بافت نمونه، میزان نیروی لازم برای فعال کردن دوقلویی بسیار کمتر از فعال سازی نابجایی لغزشی می باشد. با این حال، وجود ذرات هیدروکسی آپاتایت و افزایش مرزدانه ها به دلیل ریز شدن دانه ها منجر به تاخیر در تشکیل دوقلویی ها شده است. به همین جهت، برای شروع تغییر پلاستیک در نمونه های فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه دار در مقایسه با منیزیم خالص، بار بیشتری نیاز است. مرزهای دوقلویی ایجاد شده نیز به عنوان مانعی در برابر حرکت نابجایی ها عمل می کنند و در نتیجه بر نرخ سخت شوندگی کرنشی تاثیر می گذارند [۲۷، ۱۳]. از آنجا که تجمع ذرات معمولاً منجر به ایجاد نواحی تمرکز تنش و شکست زود هنگام در تنش های پایین تر می شود، عدم مشاهده افت ناگهانی استحکام و هم خوانی نتایج مکانیکی با رفتار مورد انتظار به عنوان شواهد تکمیلی برای عدم تجمع مؤثر ذرات می باشد. همچنین نتایج مربوط به مقادیر تنش تسلیم و تنش نهایی آزمون فشار نیز در شکل ۱۰ نمایش داده شده است.

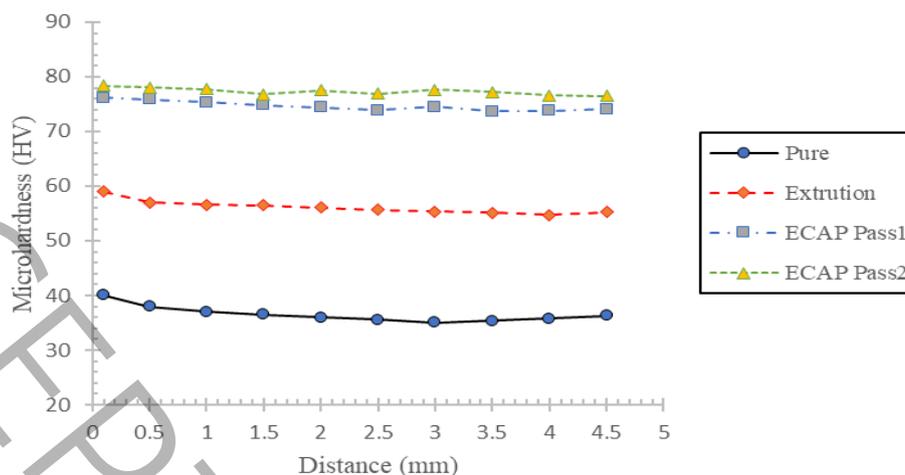


شکل ۱۰ تنش تسلیم و تنش نهایی آزمون فشار تک محوره

Figure 10. Yield strength and ultimate tensile strength (UTS) derived from uniaxial compression tests

آزمون میکروسختی

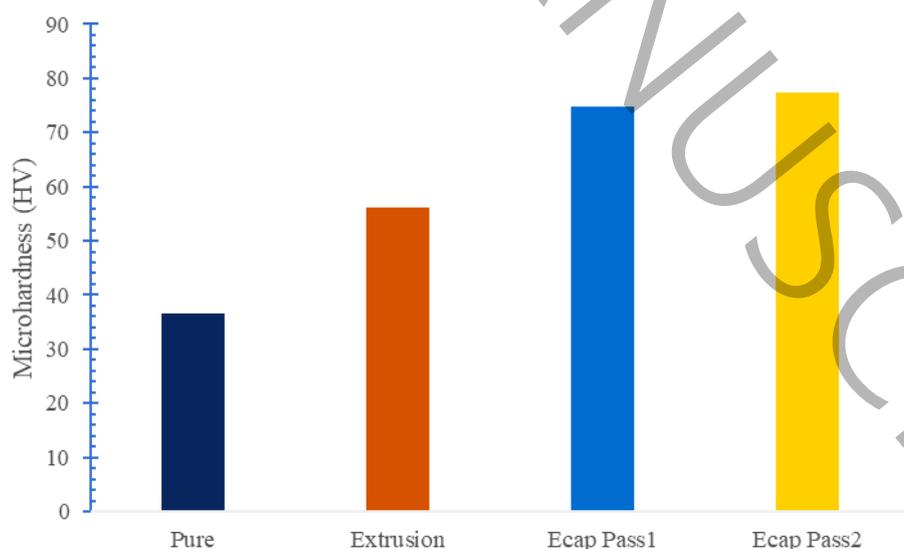
شکل ۱۱ نتایج بدست آمده از آزمون میکروسختی به روش ویکرز در جهت عمود از سطح تا مرکز قطعه در پنج نقطه را نشان می دهد.



شکل ۱۱ نتایج آزمون میکروسختی

Figure 11. Microhardness Test Results

همگنی مواد را می‌توان با ارزیابی مقادیر ریزسختی موضعی روی سطح مقطع نمونه‌ها بررسی کرد. همانطور که انتظار می‌رفت، فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار سختی بیوکامپوزیت را افزایش داده است. به طوری که پس از اعمال دو پاس فرایند، ریزسختی در سطح قطعه برابر با ۷۸/۴ ویکرز، یک پاس فرایند ۷۶/۱۶ ویکرز، بیوکامپوزیت اکستروود شده ۵۹ ویکرز و در منیزیم خالص ۳۹/۹ ویکرز می‌باشد. به دلیل اعمال کرنش‌های مختلف به نمونه در طول فرایندهای شکل‌دهی فلز، میزان سختی با موقعیت نمونه تغییر می‌کند [۲۸]. کرنش سختی در نتیجه فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه‌دار، افزایش چگالی نابجایی‌ها، ریزدانه شدن و بهبود توزیع ذرات تقویت‌کننده، مهم‌ترین عوامل در افزایش سختی نمونه‌های فرایند در نظر گرفته می‌شود [۲۹، ۳۰]. یکنواخت شدن سختی در مقطع نمونه‌ها پس از اعمال پاس‌های مختلف فرایند پرس‌کاری در کانال همسان زاویه دار را می‌توان به توزیع یکنواخت کرنش پلاستیک، ریزدانه‌سازی همگن و حذف تدریجی ناهمگنی‌های ریزساختاری نسبت داد که در نهایت منجر به تشکیل ساختاری همگن در کل مقطع نمونه شده است [۳۰، ۳۱]. در شکل ۱۲ مقادیر میانگین میکروسختی در نمونه‌های مختلف مشاهده می‌شود.



شکل ۱۲ نمودار سختی-جابجایی میانگین

Figure 12. Average Hardness-Displacement Curve

۴- نتیجه‌گیری

در پژوهش حاضر، به مطالعه و بررسی اثر فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار بر خواص مکانیکی و ریزساختار بیوکامپوزیت منیزیم/هیدروکسی‌آپاتیت ۲/۵ درصد وزنی پرداخته شد. نتایج نشان داد که این فرایند در بهبود استحکام کششی و فشاری، میکروسختی و همچنین دانه‌بندی (تشکیل دانه‌های فوق ریز) بیوکامپوزیت بسیار موثر می‌باشد.

- تشکیل دانه‌ها در مقیاس نانومتری در اثر افزایش تعداد پاس‌های فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار و ریزدانه شدن نمونه‌ها دیده شد.

- استحکام کششی پس از دو مرحله عبور از فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار بیوکامپوزیت به میزان ۶۴٪ نسبت به منیزیم خالص با کاهش اندازه دانه از ۳۴/۵ میکرومتر به ۶/۲ میکرومتر و همچنین استحکام کششی طی دو مرحله عبور از کانال همسان زاویه دار ۱۵٪ نسبت به دو مرحله فرایند اکستروژن گرم با کاهش اندازه دانه از ۱۲/۰۴ میکرومتر به ۶/۲ میکرومتر افزایش یافته است.

- همچنین با کاهش اندازه دانه و ریزدانه شدن، استحکام فشاری پس از دو مرحله عبور از فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار بیوکامپوزیت به میزان ۲۶٪ نسبت به منیزیم خالص و ۱۵٪ نسبت به دو مرحله فرایند اکستروژن گرم افزایش یافت.

- در آزمون میکروسختی، ریزساختار تاثیر زیادی بر میکروسختی نمونه‌ها داشت و با کاهش اندازه دانه از ۳۴/۵ به ۶/۲ میکرومتر افزایش ۵۰٪ سختی نسبت به منیزیم خالص و با کاهش اندازه دانه از ۱۲/۰۴ به ۶/۲ میکرومتر افزایش ۲۵٪ سختی نسبت به دو مرحله فرایند اکستروژن گرم مشاهده گردید.

در نهایت می‌توان نتیجه گرفت فرایند پرس کاری در کانال همسان زاویه‌دار می‌تواند اثر بسیار موثری در ریزساختار و خواص مکانیکی منیزیم و بیوکامپوزیت منیزیمی که در صنعت پزشکی (ایمپلنت‌های زیست تخریب پذیر) کاربرد دارند، داشته باشد.

مراجع

[۱] V. K. Bommala, M. G. Krishna, and C. T. Rao, Magnesium matrix composites for biomedical applications: A review, *Journal of Magnesium and Alloys*, 7(1) (2019) 72–79.

[۲] M. O. Pekguleryuz, K. Kainer, and A. A. Kaya, *Fundamentals of magnesium alloy metallurgy*. Elsevier, (2013).

[۳] F. Witte et al., Biodegradable magnesium–hydroxyapatite metal matrix composites, *Biomaterials*, 28(13) (2007) 2163–2174.

[۴] E. Lukyanova et al., Strengthening of age-hardenable WE43 magnesium alloy processed by high pressure torsion, *Materials Letters*, 170 (2016) 5–9.

[۵] J. Seong and W. Kim, Development of biodegradable Mg–Ca alloy sheets with enhanced strength and corrosion properties through the refinement and uniform dispersion of the Mg₂Ca phase by high-ratio differential speed rolling, *Acta biomaterialia*, 11 (2015) 531–542.

[۶] R. Jahadi, M. Sedighi, and H. Jahed, ECAP effect on the micro-structure and mechanical properties of AM30 magnesium alloy, *Materials Science and Engineering: A*, 593 (2014) 178–184.

[۷] M. Haghshenas, Mechanical characteristics of biodegradable magnesium matrix composites: a review, *Journal of magnesium and alloys*, 5(2) (2017) 189–201.

[۸] X. Zhang, G. Yuan, L. Mao, J. Niu, P. Fu, and W. Ding, Effects of extrusion and heat treatment on the mechanical properties and biocorrosion behaviors of a Mg–Nd–Zn–Zr alloy, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 7 (2012) 77–86.

- [٩] A. Sabet, A. Jabbari, and M. Sedighi, Microstructural properties and mechanical behavior of magnesium/hydroxyapatite biocomposite under static and high cycle fatigue loading, *Journal of Composite Materials*, 52(13) (2018) 1711–1722.
- [١٠] E. Ghazizadeh, A. Jabbari, and M. Sedighi, In vitro corrosion-fatigue behavior of biodegradable Mg/HA composite in simulated body fluid, *Journal of Magnesium and Alloys*, 9(6) (2021) 2169–2184.
- [١١] J. Stráská, M. Janeček, J. Čížek, J. Stráský, and B. Hadzima, Microstructure stability of ultra-fine grained magnesium alloy AZ31 processed by extrusion and equal-channel angular pressing (EX-ECAP), *Materials Characterization*, 94 (2014) 69–79.
- [١٢] E. Mostaed et al., Microstructure, texture evolution, mechanical properties and corrosion behavior of ECAP processed ZK60 magnesium alloy for biodegradable applications, *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 37 (2014) 307–322.
- [١٣] R. Del Campo, B. Savoini, A. Muñoz, M. Monge, and R. Pareja, Processing and mechanical characteristics of magnesium-hydroxyapatite metal matrix biocomposites, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 69 (2017) 135–143.
- [١٤] K. R. Gopi and H. S. Nayaka, Tribological and corrosion properties of AM70 magnesium alloy processed by equal channel angular pressing, *Journal of Materials Research*, 32(11) (2017) 2153–2160.
- [١٥] P. Minárik, R. Král, and B. Hadzima, Substantially higher corrosion resistance in AE42 magnesium alloy through corrosion layer stabilization by ECAP treatment, *Acta Physica Polonica A*, 122(3) (2012) 614–617.
- [١٦] W. Li et al., In vitro and in vivo studies on pure Mg, Mg–1Ca and Mg–2Sr alloys processed by equal channel angular pressing, *Nano Materials Science*, 2(1) (2020) 96–108.
- [١٧] Y. Huang, J. Li, and L. Zhou, Mg–3Zn–0.5 Zr/HA nanocomposites fabricated by high shear solidification and equal channel angular extrusion, *Materials Science and Technology*, 34(15) (2018) 1868–1879.
- [١٨] S. Fintová and L. Kunz, Fatigue properties of magnesium alloy AZ91 processed by severe plastic deformation, *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 42 (2015) 219–228.
- [١٩] F. Akbaripanah, F. Fereshteh-Saniee, R. Mahmudi, and H. Kim, The influences of extrusion and equal channel angular pressing (ECAP) processes on the fatigue behavior of AM60 magnesium alloy, *Materials Science and Engineering: A*, 565 (2013) 308–316.
- [٢٠] S. Jayasathyakawin, M. Ravichandran, S. O. Ismail, and D. Srinivasan, Effects of hydroxyapatite addition on the microstructure and mechanical properties of sintered magnesium matrix composites, *Materials Today Communications*, 35 (2023).
- [٢١] M. Kasaeian-Naeini, M. Sedighi, R. Hashemi, and H. Delavar, Microstructure, mechanical properties and fracture toughness of ECAPed magnesium matrix composite reinforced with hydroxyapatite ceramic particulates for bioabsorbable implants, *Ceramics International*, 49(11) (2023) 17074–17090.
- [٢٢] E. ASTM, Standard test methods for tension testing of metallic materials, *Annual book of ASTM standards*. ASTM, (2001).
- [٢٣] E. ASTM, Standard test methods of compression testing of metallic materials at room temperature, West Conshohocken, PA: ASTM International, (2000) 98–105.

[۳۴] P. Lukáč and Z. Trojanová, Influence of grain size on ductility of magnesium alloys, *Materials Engineering*, 18(3) (2011) 110–114.

[۳۵] W. Yu, H. Zhao, and X. Hu, Anisotropic mechanical and physical properties in textured Ti₂AlC reinforced AZ91D magnesium composite, *Journal of Alloys and Compounds*, 732 (2018) 894–901.

[۳۶] J. D. Robson, N. Stanford, and M. R. Barnett, Effect of precipitate shape on slip and twinning in magnesium alloys, *Acta materialia*, 59(5) (2011) 1945–1956.

[۳۷] M. Shen et al., Effects of (micron+submicron+nano) multisized SiC particles on microstructure and mechanical properties of magnesium matrix composites, *Journal of Composite Materials*, 52(15) (2018) 2055–2064.

[۳۸] F. Khorashadizade et al., Overview of magnesium-ceramic composites: mechanical, corrosion and biological properties, *Journal of materials research and technology*, 15 (2021) 6034–6066.

[۳۹] S.-J. Huang, M. Subramani, and K. Borodianskiy, Strength and ductility enhancement of AZ61/Al₂O₃/SiC hybrid composite by ECAP processing, *Materials Today Communications*, 31 (2022) 103261.

[۳۰] S.-J. Huang and A. N. Ali, Experimental investigations of effects of SiC contents and severe plastic deformation on the microstructure and mechanical properties of SiCp/AZ61 magnesium metal matrix composites, *Journal of Materials Processing Technology*, 272 (2019) 28–39.

[۳۱] A. Muralidhar, S. Narendranath, and H. S. Nayaka, Effect of equal channel angular pressing on AZ31 wrought magnesium alloys, *Journal of Magnesium and Alloys*, 1(4) (2013) 336–340