

## РАЗРАБОТКА ТЕХНОЛОГИЧЕСКИХ РЕЖИМОВ ТЕРМОМЕХАНИЧЕСКИХ ОБРАБОТОК ДЛЯ ЗАДАНИЯ ФОРМЫ ВНУТРИСОСУДИСТЫХ СТЕНТОВ ИЗ НИКЕЛИДА ТИТАНА

<sup>1,2</sup>Лотков А.И., <sup>1</sup>Кашин О.А., <sup>1</sup>Круковский К.В., <sup>1</sup>Гришков В.Н., <sup>3</sup>Кудряшов А.Н.

<sup>1</sup>Институт физики прочности и материаловедения СО РАН, г. Томск, Россия

<sup>2</sup>НИ Томский государственный университет, г. Томск, Россия

<sup>3</sup>ООО «Ангиолайн», г. Новосибирск, Россия, E-mail: okashin@ispms.tsc.ru

Саморасширяющиеся стенты из сплавов на основе никелида титана используются при проведении эндоваскулярных операций для восстановления просвета периферических кровеносных сосудов у пациентов с развитым стенозом. В России при проведении таких операций применяют преимущественно стенты зарубежного производства. Авторами данной статьи разработан лабораторный технологический регламент изготовления стентов двух типоразмеров:

длина 30 мм, диаметр 4 мм;

длина 60 мм, диаметр 8 мм.

Заготовки стента готовили лазерной вырезкой из тонкостенной трубки из никелида титана (рис. 1а), затем заготовку помещали на формообразующую оправку и отжигали в соляной ванне для задания одного из указанных выше размеров стента.

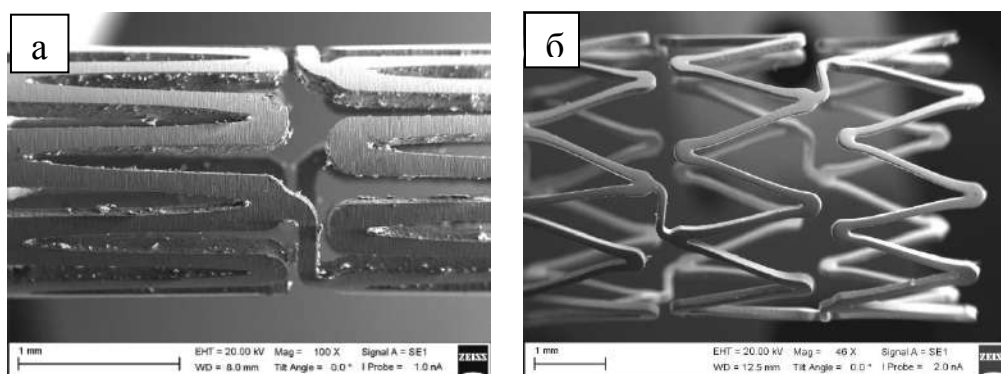


Рисунок 1 – Заготовка стента после лазерной вырезки из трубки (а), дизайн стентов (б)

Использованные дизайны стентов представлены стратами, образующих короны из V-образных элементов, соединённых перемычками (рис. 1б). Стенты с конечным диаметром 4 мм состоят из 9 V-образных элементов на диаметр и 13 корон на длину с высотой короны в нераскрытом состоянии 1,7 мм, стенты диаметром 8 мм - 12 V-образных элементов и 18 корон с высотой 2,48 мм.

При выборе температуры и длительности отжигов на стадии задания формы стентам необходимо учитывать несколько условий. Во-первых, для получения необходимых механических свойств стента при температуре его использования (температура человеческого тела) весь объём материала стента должен находиться в B2-фазе. Для того, чтобы исключить вероятность наличия остаточной мартенситной фазы, температура конца обратного мартенситного превращения (перехода основного объёма материала стента в B2-фазу) в результате проведения всех отжигов должна быть меньше температуры человеческого тела, желательно, не менее чем на 20 °С. Во-вторых, на промежуточных отжигках стента на оправках желательно минимизировать температуру и время отжигов. В то же время, выбранные температура и время отжигов должны обеспечивать сохранение заданной стенту формы после снятия его с оправки. В-третьих, формирующаяся в результате отжигов микроструктура должна обеспечить восстановление формы при освобождении стента из катетера при имплантации в кровеносный сосуд не менее 97 %.

При размещении заготовки на оправке V-образные элементы раскрываются. Для исследованных дизайнов при равномерном раскрытии на конечный диаметр максимальная деформация в отдельных участках составляет около 10 %. В некоторых случаях вследствие неоднородного расширения V-образных элементов при размещении заготовки на оправке максимальная деформация может достигать 20 %.

Такие деформации могут оказаться достаточными для разрушения отдельных элементов стента (рис. 2).

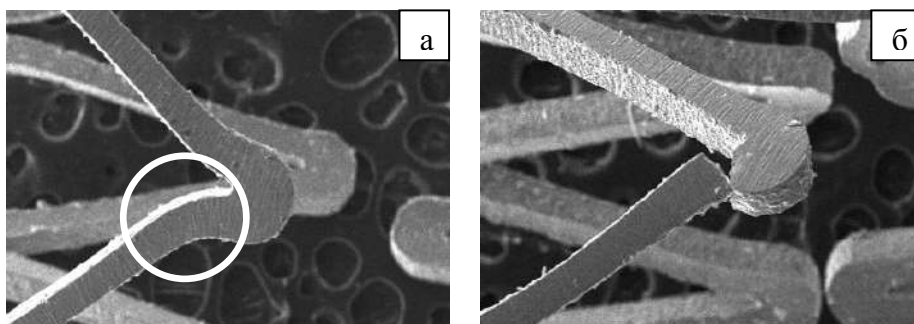


Рисунок 2 – Разрушение (а) и деформация (б) страты стента типоразмера 4×30 мм при размещении заготовки стента после лазерной вырезки на оправке диаметром 4 мм

Для предотвращения критической деформации и разрушения элементов стента при размещении заготовки на оправке в настоящей работе использовали ступенчатое увеличение диаметра оправок для задания нужного диаметра стента с проведением отжига на каждом диаметре. При этом стремились минимизировать количество промежуточных отжигов исходя из оценки степени деформации при переходе с одной оправки на последующую. Оценки показывают, что для того, чтобы максимальная деформация не превышала 5 % на каждом этапе относительное увеличение диаметра оправки должно быть в пределах 20÷50 %. Такая величина деформации стента может быть обеспечена за счёт задания преимущественно неупругой деформации, что снизит вероятность разрушения стентов. Этот результат можно реализовать при деформации заготовки стента в процессе его расширения при размещении на формообразующей оправке вблизи температуры начала прямого мартенситного превращения (МП). На каждом этапе отжиг проводили в течение 20 минут при 500 °С с последующей закалкой в воде. Изменение температур МП, определённых по температурной зависимости электросопротивления на модельных образцах, вырезанных из исходной трубки, в зависимости от суммарного времени отжига приведено на рисунке 3.

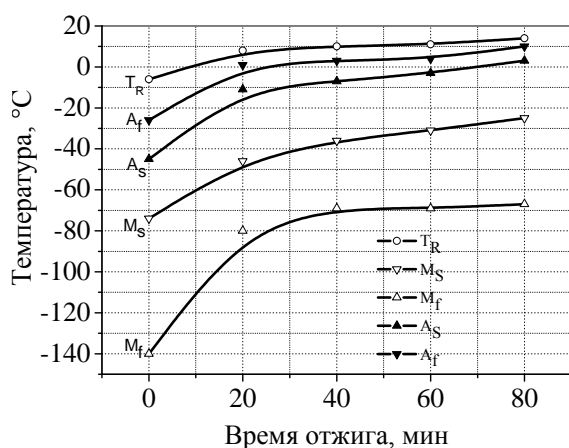


Рисунок 3 – Изменение температур МП в зависимости от суммарного времени отжига при 500 °С

Видно, что с каждым последующим отжигом температуры МП смещаются в область более высоких температур. Тем не менее, даже после четырёх последовательных отжигов температура конца обратного МП  $A_f$  более чем на 20 °С ниже температуры человеческого тела, что позволяет использовать такие стенты для имплантации.

В результате описанной термомеханической обработки стенты принимали форму с заданным диаметром. При снятии стентов с оправки не происходило какого-либо заметного возврата диаметра, что свидетельствует о достаточно полной релаксации

внутренних напряжений. Величина формовосстановления при температуре человеческого тела после предварительной деформации стента радиальным обжатием, не превышающим 8 %, составляет 100 %.

Формирование достаточно высоких внутренних ориентированных напряжений, которые в обогащённых никелем сплавах на основе TiNi возникают при определённых температурах отжига в образцах или изделиях под нагрузкой, может оказать отрицательное влияние. Так, проведение отжигов заготовок стентов на первоначальных этапах задания формы при 300 и 400 °С привело к формированию внутренних напряжений, стремящихся вернуть заготовку к первоначальному диаметру. О наличии в материале остаточных внутренних напряжений свидетельствует некоторое уменьшение заданного диаметра после снятия заготовки с оправки. При термообработках при  $T \leq 400$  °С двойных сплавов на основе никелида титана с избыточным содержанием никеля относительно эквивалентного состава идут процессы старения - формирование предвыделений и мелкодисперсных частиц фазы  $Ti_3Ni_4$ . Вблизи частиц формируются локальные микронапряжения. В результате при отжигах при температурах  $T \leq 400$  °С в заготовках образуется устойчивое структурно-фазовое состояние с высоким уровнем внутренних напряжений, ориентированных противоположно действию внешних напряжений.

При последующем погружении заготовок стента на оправке в соляную ванну при температуре 500 °С возникающие в начальный момент за счёт реализации эффекта памяти формы реактивные напряжения, стремящиеся вернуть заготовку к первоначальному диаметру, складываются с внутренними напряжениями, в результате чего за счёт трения заготовки по оправке или несимметричного погружения заготовки в расплав происходит неоднородное раскрытие V-образных элементов, развитию в них значительных напряжений и деформаций – иногда вплоть до саморазрушения стентов (рис. 4).

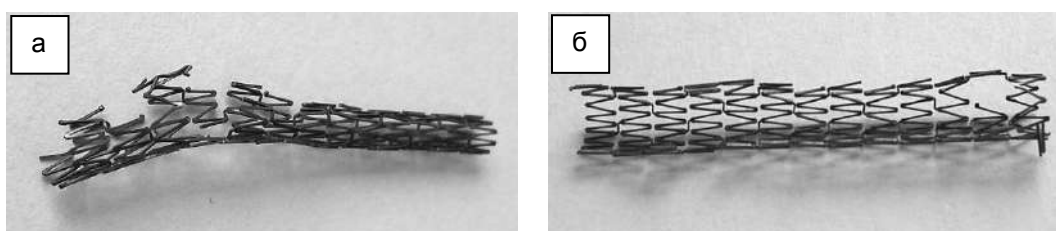


Рисунок 4 – Нарушение целостности стентов с диаметром 4 мм при погружении в соляную ванну с температурой 500 °С после предварительных отжигов при 300 (а) или 400 (б) °С

Таким образом, использованный в настоящей работе режим термомеханических обработок на этапе задания формы саморасширяющимся стентам из никелида титана при их изготовлении может быть рекомендован в качестве основы при разработке промышленной технологии производства таких стентов. Однако при окончательном выборе технологического режима необходимо учитывать формирующиеся при этом функциональные и механические свойства стентов, которые во многом определяются режимами термомеханических обработок.

Работа выполнена при финансовой поддержке проекта ФЦП № 14.578.21.0118, уникальный идентификатор проекта RFMEFI 57815X0118.