



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 1771—2021

弯曲-自由恢复法测试镍钛形状 记忆合金相变温度

Standard test method for determination of transformation temperature of
nickel-titanium shape memory alloys by bend and free recovery

2021-03-09 发布

2022-04-01 实施

国家药品监督管理局 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 缩略语	2
5 测试方法综述	2
6 意义与应用	2
7 仪器	2
8 样品	4
9 计量	4
10 程序	4
11 相变温度的测定	6
12 报告	7
附录 A (资料性附录) 理论基础	8
附录 B (资料性附录) 无接触的视觉测试系统原理图	9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家药品监督管理局提出。

本标准由全国外科植入物和矫形器械标准化技术委员会(SAC/TC 110)归口。

本标准起草单位:天津市医疗器械质量监督检验中心、国家药品监督管理局医疗器械技术审评中心、江阴法尔胜佩尔新材料科技有限公司、上海微创医疗器械(集团)有限公司、有研医疗器械(北京)有限公司。

本标准主要起草人:马春宝、张晨、郭晓磊、阿茹罕、陈庆福、王玲玲、孙冰、胡天宙、袁志山、李君涛。

弯曲-自由恢复法测试镍钛形状 记忆合金相变温度

1 范围

本标准规定了一种通过测量热转换过程中恢复的变形,确定马氏体向奥氏体转变温度的测试方法。本标准适用于完全退火或热处理的镍钛合金。

注:本标准并非试图对涉及的所有安全问题进行阐述,即便是那些与其使用有关的安全问题。确立适当的安全及健康规范,以及在应用前明确管理限制的适用性,是本标准的使用者自身的责任。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

YS/T 1064—2015 镍钛形状记忆合金术语

3 术语和定义

YS/T 1064—2015 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

自由恢复 free recovery

低温相变形后的形状记忆合金,在加热过程中向奥氏体转变自由无约束的恢复动作。

3.2

95%恢复变形奥氏体完成温度 95 percent recoverable deformation austenite finish temperature

A_{f-95}

用可恢复变形达到 95%的方法测量得到的弯曲和自由恢复的成品丝、成品管或成品部件的奥氏体转变终了温度。

3.3

切线法奥氏体完成温度 tangent method austenite finish temperature

A_{f-tan}

用切线法测量得到的弯曲和自由恢复的成品丝、成品管或成品部件的奥氏体转变终了温度。

3.4

R' 相起始温度 R' -phase start temperature

R_s'

两阶段相变的加热过程中,马氏体转变为 R 相的起始温度。

3.5

R' 相完成温度 R' -phase finish temperature

R_f'

两阶段相变的加热过程中,马氏体转变为 R 相的完成温度。

3.6

奥氏体起始温度 austenite start temperature

A_s

单阶段相变的加热过程中,马氏体转变为奥氏体的起始温度,或者两阶段相变的加热过程中,R相转变为奥氏体的起始温度。

3.7

奥氏体完成温度 austenite finish temperature

A_f

单阶段相变的加热过程中,马氏体转变为奥氏体的完成温度,或者两阶段相变的加热过程中,R相转变为奥氏体的完成温度。

4 缩略语

下列缩略语适用于本文件。

LVDT:线性变量差动传感器。

RVDT:旋转变量差动传感器。

5 测试方法综述

本测试方法包括将试样冷却到其名义上完全马氏体相,使试样变形后,将试样加热到完全奥氏体相。在加热过程中,测量试样的动作,并将其与试样温度作图。对于两阶段转变,用切线法确定 R_s' , R_f' , A_s 和 A_f ;对于单阶段转变,用切线法确定 A_s 和 A_f 。单阶段或两阶段转变,也可以使用可恢复变形 95%法测量 A_f 。

注:理论基础参见附录 A。

6 意义与应用

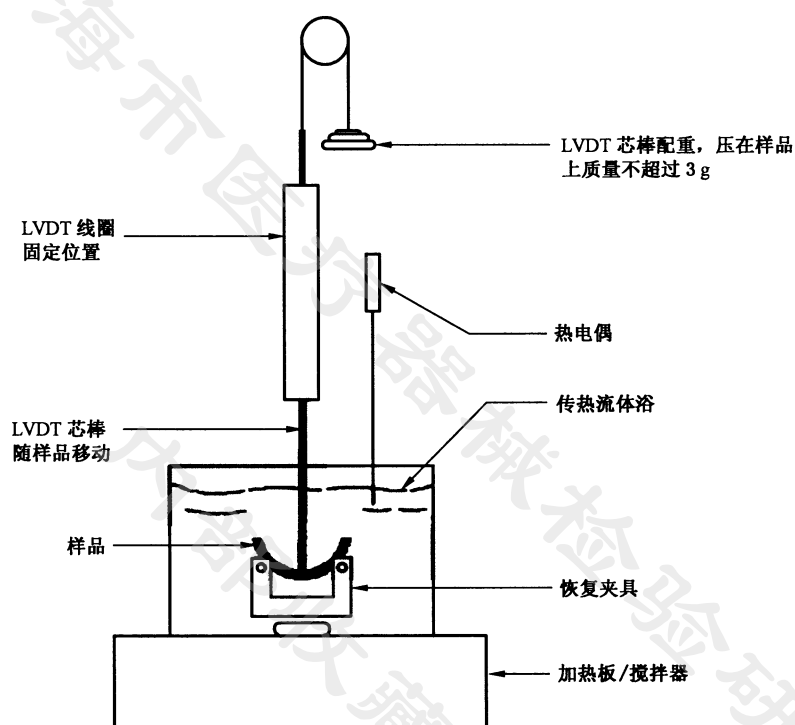
- 6.1 试样动作的测量与许多形状记忆应用密切对应,为应用形状记忆材料的功能提供了测试结果。
- 6.2 这种测试方法适用于丝材、管材或板带状样品,因此,它能够评估半成品。
- 6.3 因为化学分析不够精确,不能充分确定形状记忆合金的镍钛比,而本标准可用于完全退火样品,通过测定相变温度以确保合金成分。
- 6.4 由于应变和载荷对相变温度的影响,本标准得到的相变温度可能与用其他方法得到的相变温度不具有可比性。
- 6.5 测试方法适用于 A_f 温度约在 $-25\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 范围的形状记忆合金。

7 仪器

7.1 有下列四种可选的测试仪器,它们都被认为是可接受的:

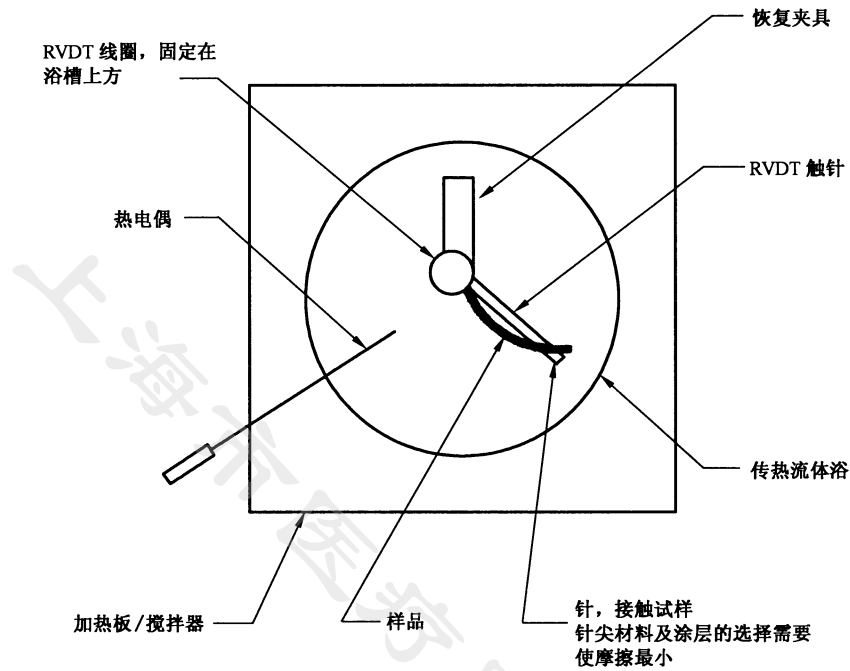
- a) LVDT,其长度范围大于芯轴直径的一半(见 10.2),具有电源,安装在带有平衡探针的适当夹具中(见图 1);
- b) 具有大于 45° 范围的 RVDT,具有电源,安装在适当的夹具中(见图 2);
- c) 无接触的视觉测试系统(参见附录 B);
- d) 测量样品位移的仪器。

- 7.2 热电偶和指示器,分辨率为 $0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ (0.2°F)或更佳。
- 7.3 XY 图表记录器,或等效手动或自动数据采集系统。
- 7.4 加热板和搅拌器。
- 7.5 传热流体浴,例如变性醇、乙二醇、水等。
- 7.6 芯轴,用于使样品在马氏体状态下变形。
- 7.7 夹具,用于在恢复过程中保持样品。
- 7.8 液氮,或干冰。



注: LVDT 电源、热电偶指示器和数据采集系统未标示。

图 1 使用垂直安装和平衡的 LVDT 测试设备侧视图



注：RVDT 电源、热电偶指示器和数据采集系统未标示。

图 2 使用 RVDT 的测试设备俯视图

8 样品

8.1 测试试样可以是直径或厚度为 0.3 mm~3 mm 的镍钛合金丝、管或带材。对于不接触试样(例如视觉系统)的测试系统,其样品直径或厚度可以小于 0.3 mm。

8.2 测试试样可以是经热处理的或退火处理的。

9 计量

应使用计量合格的热电偶。

10 程序

10.1 对于在室温下呈超弹性的合金,用液氮、干冰或其他合适的传热流体,冷却至 $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($-67\text{ }^{\circ}\text{F}$)或更低。对于在室温下呈马氏体的合金,用液体浴冷却至 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ ($50\text{ }^{\circ}\text{F}$)或更低。

10.2 根据样品直径或厚度选择芯轴,对样品施加弯曲变形,使其外部弯曲产生 2%~2.5%的拉伸应变。对于这些应变,芯轴直径应在试样直径或厚度的 39 倍~49 倍之间。

10.3 切割一个足够可绕心轴缠绕 90° ~ 180° 长的测试样本。

10.4 将夹具、芯轴和试样一起放入浴槽,等待至少 3 min 以使固定装置达到温度平衡。

10.5 将试样在芯棒周围缠绕 90° ~ 180° ,使试样变形。

10.6 将试样放置在固定样品的夹具(恢复夹具)上,注意避免干扰试样在加热时的自由恢复。

10.7 从液体浴中取出芯棒。或者,芯棒也可以连接在恢复夹具上,并留置在液体浴中。当芯棒和夹具

留置在液体浴中时,应该注意在整个测试过程中,因为芯棒和夹具的热质量存在,应确保夹具和液体浴的温度是均匀的。

10.8 对于 LVDT,如图 3 所示,将 LVDT 芯棒降低到试样上面, LVDT 芯棒的质量应被抵消,使得试样上面的质量不超过 3 g。

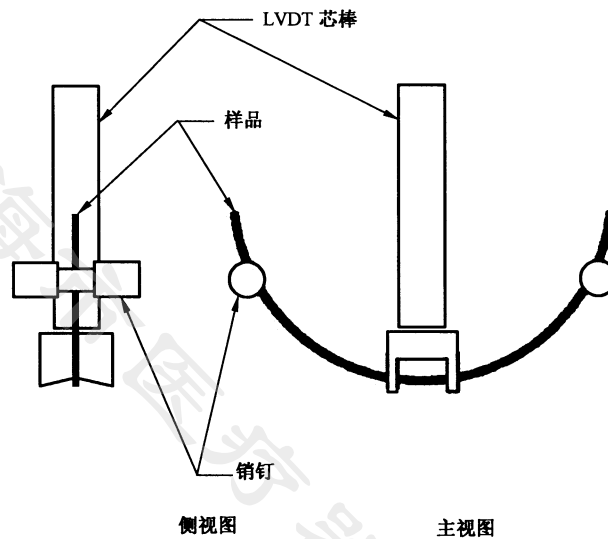
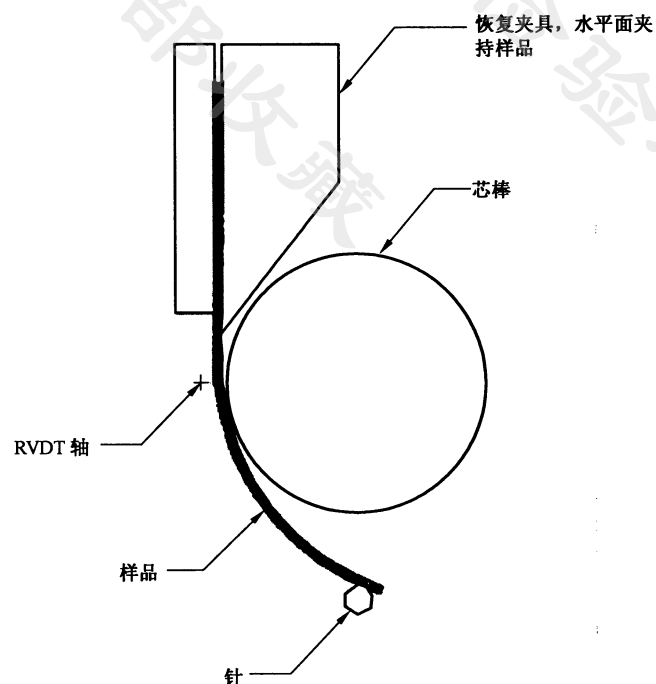


图 3 LVDT 芯棒放置在位于恢复夹具销上的变形试样上

10.9 对于 RVDT,确保针与试样接触(图 4),为了尽量减少摩擦效应,针头应该被包裹在聚四氟乙烯 (PTFE) 护套中,或者针头应该由 PTFE 或具有等效摩擦的材料制成或涂覆。



注: 建议的 RVDT 轴位置是偏移于芯棒一个针的半径的距离。

图 4 将针放置在夹紧到恢复夹具的变形试样上,以及触针和远离的 RVDT 俯视图

10.10 将热电偶置于浴槽中,靠近样品以便测试样品的真实温度。

10.11 设置 XY 图或数据采集系统,记录 X 或 Y 轴上的温度,以及另一轴上的样品动作。

10.12 搅拌,将加热板上的液体浴加热至 A_f (依据第 11 章方法测量) 以上的温度,在恢复过程中加热速率不超过 $4\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

10.13 当温度超过至 A_f (依据第 11 章方法测量) 至少 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时,停止测试,注意样品是直的,位移与温度曲线已经变平,关掉加热板,停止记录。

11 相变温度的测定

11.1 使用切线法确定相变温度 (R'_s , R'_f , A_s 或 A_f), 或使用 95% 恢复变形方法确定 A_f 。

11.2 根据图 5 或图 6 确定相变温度 A_s 和 $A_{f-95\%}$ 。相变可能发生在—个或两个阶段。对于—阶段相变,应将中间切线与曲线的最陡部分相切(见图 5)。对于两阶段相变,第一条线与第—阶段相变中所观察的最陡峭斜率相切,第二条线与第二阶段相变中最陡峭的斜率相切(见图 6)。

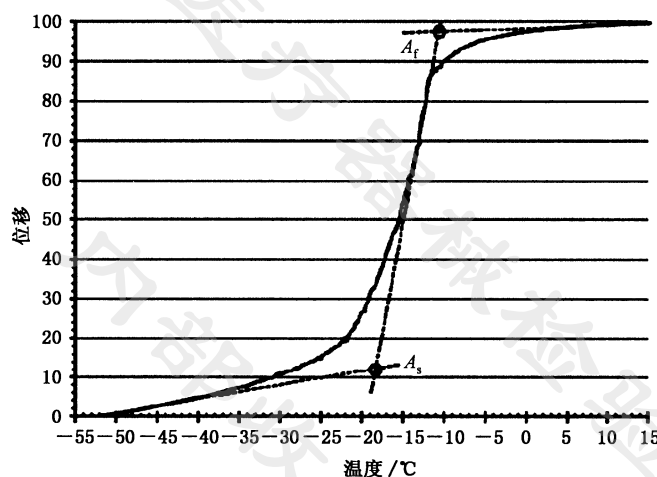


图 5 —阶段相变切线法——切线和相变温度

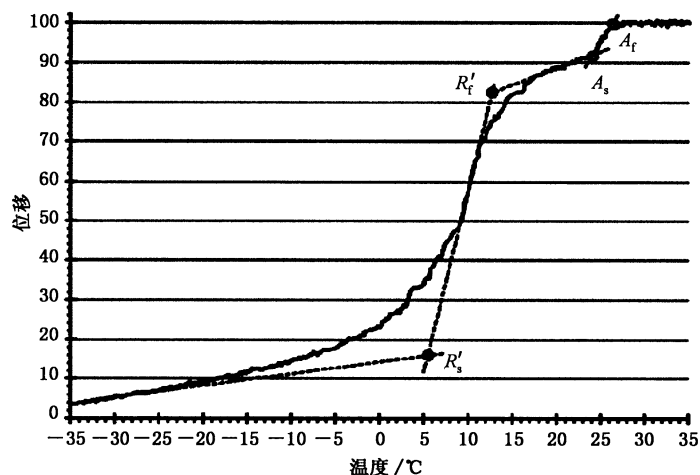


图 6 两阶段相变切线法——切线和相变温度

11.3 参照图 7 来确定 A_{f-95} 相变温度。 A_{f-95} 由变形 95% 恢复时确定。虽然测试可以在比 $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ 更低的温度下开始,但试样在 $-55\text{ }^{\circ}\text{C}$ 处的变形应被认为是完全变形态(即 0% 的恢复)。100% 的变形恢复温度是在位移与温度曲线达到恒定斜率后 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以外的温度处。

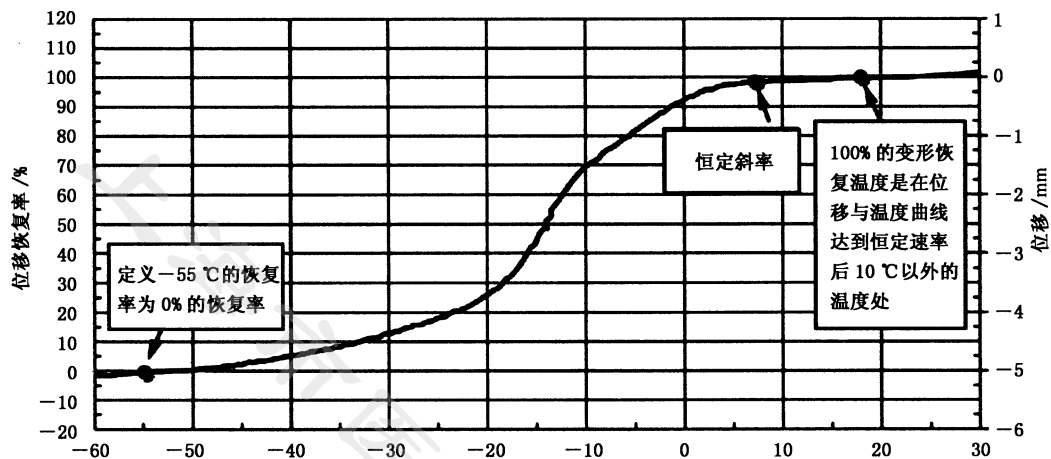


图 7 百分比恢复法: A_{f-95} 相变温度

12 报告

报告应该包括以下信息:

- 对所测试的样品进行完整的识别,包括规格、批号和热处理;
- 相变测试结果,报告四舍五入到整数;
- 相变温度测试曲线。

附 录 A
(资料性附录)
理 论 基 础

A.1 用相变温度表征镍钛合金的原料、半成品和成品。因为化学分析不够精确预判形状记忆和超弹性能,所以在原料情况下测试相变温度是必要的。

A.2 该测试提供了一种快速、经济的方法,通过记录样品因形状记忆效应的动作,来确定马氏体到奥氏体转变温度。在成品的情况下,这种测试方法常常被用于确定产品在最终应用中的形状记忆行为。

A.3 通过这种测试方法所测得的相变温度将不同于热分析或其他技术测量的结果,因有应变和负载效应的结果。

A.4 选择 2%~2.5% 的应变水平,以最小化应变对转变温度的影响。

A.5 应控制加热速率,以最小化液体浴中的热梯度。加热速率可以手动控制,也可以使用温度控制器来控制。

A.6 在液体浴中的夹具热质量应尽可能地小,力求夹具和液体浴在温度上一致。

A.7 厚度或直径大于 3 mm 的样品可以用这种测试方法进行测试,加入一个变形夹具有助样品变形。对于小于 0.3 mm 的样品,推荐视觉系统,因为 RVDT 或 LVDT 系统中的摩擦可能在试样中产生应力。

A.8 残存冷加工的材料可能出现类似于图 7 所示的“迟滞”恢复。对于这样的情况,百分比恢复法可能优于切线法,因为此法所确定的 A_f 可以更接近于完全马氏体-奥氏体相变。确定材料完全恢复的温度是不实际的,因为动作最后的 1%~2%,通常是分散在几度上,从而导致何时停止测试,并确定 100% 恢复温度时存在不确定性。

附录 B
(资料性附录)
无接触的视觉测试系统原理图

图 B.1 为无接触的视觉测试系统原理图。

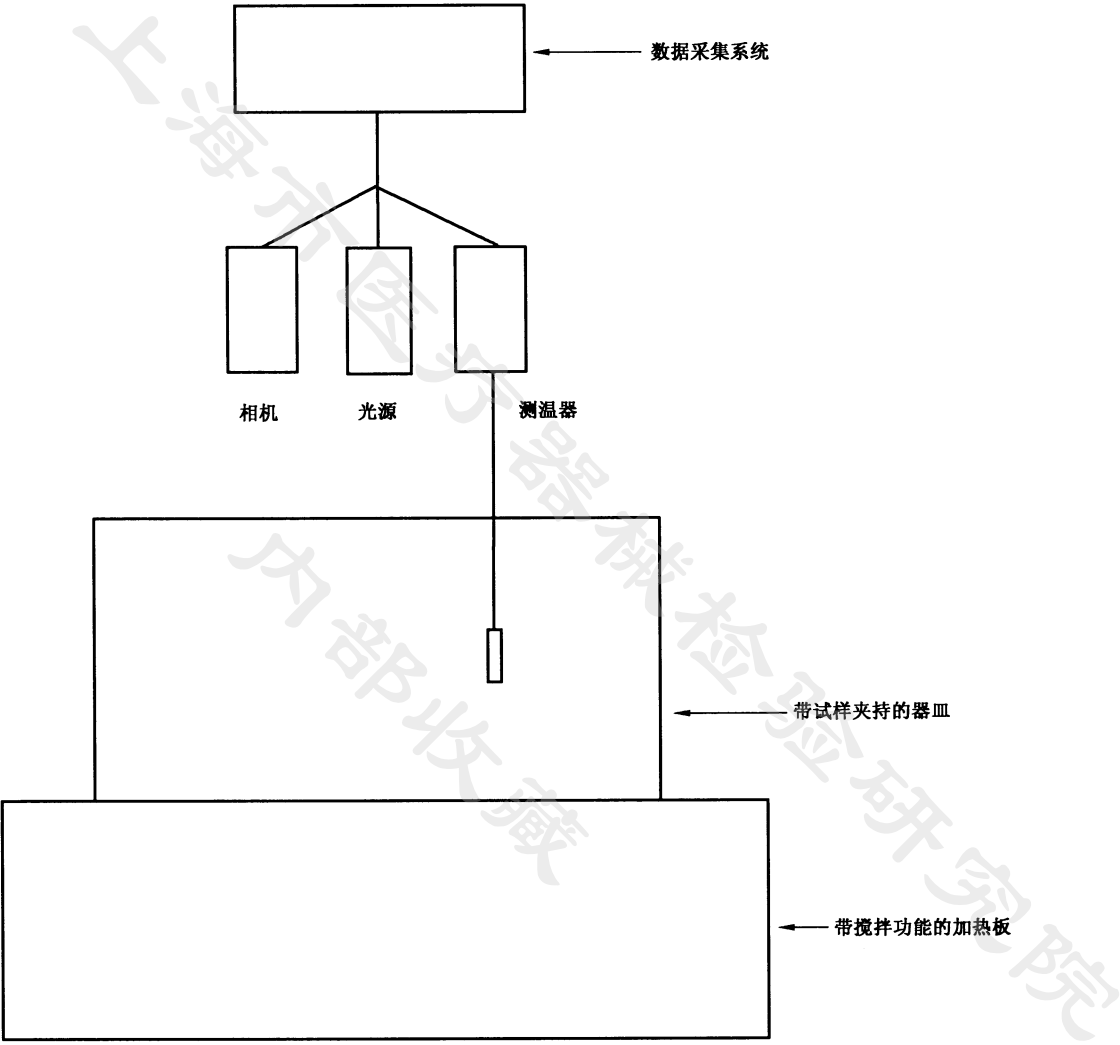


图 B.1 无接触的视觉测试系统原理图