

T/CSBM

团 体 标 准

T/CSBM 0005—2021

可降解镁合金热挤压棒材

Biodegradable magnesium alloy hot-extruded bars

2021 - 04 - 26 发布

2021 - 10 - 01 实施

中国生物材料学会 发布

目 次

前言	II
1 范围	3
2 规范性引用文件	3
3 术语和定义	3
4 技术要求	3
5 试验方法	7
6 检验规则	8
7 标志、包装、运输和贮存	9
8 订货单（合同）	10
附录 A（资料性） 模拟体液（SBF 和 Hank's）成分配比	11

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国生物材料学会提出。

本文件由中国生物材料学会团体标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：郑州大学、上海交通大学、浙江泮沅医疗器械有限公司、沪创医疗科技（上海）有限公司、国家镁及镁合金产品质量监督检验中心、北京大学、中国科学院金属研究所、苏州奥芮济医疗科技有限公司。

本文件主要起草人：关绍康、朱世杰、袁广银、奚廷斐、李伟杰、石梦佳、郑玉峰、杨柯、张小农、黄华、万子义、张健、张绍翔。

本文件首次发布。

可降解镁合金热挤压棒材

1 范围

本文件规定了可降解镁合金热挤压棒材的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存、质量证明书、订货单（合同）。

本文件适用于可降解镁合金热挤压棒材（以下简称“棒材”）。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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。

- GB/T 228.1 金属材料 拉伸试验 第1部分：室温试验方法
- GB/T 1177 铸造镁合金
- GB/T 2828.1—2012 计数抽样检验程序 第1部分：按接收质量限(AQL)检索的逐批检验抽样计划
- GB/T 3246.2 变形铝及铝合金制品组织检验方法 第2部分：低倍组织检验方法
- GB/T 4296 变形镁合金显微组织检验方法
- GB/T 4297 变形镁合金低倍组织检验方法
- GB/T 5155 镁合金热挤压棒材
- GB/T 6394 金属平均晶粒度测定方法
- GB/T 7314 金属材料 室温压缩试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 10123 金属和合金的腐蚀 基本术语和定义
- GB/T 13748 镁及镁合金化学分析方法（所有部分）
- GB/T 16886.12 医疗器械生物学评价 第12部分：样品制备与参照材料
- GB/T 16886.15 医疗器械生物学评价 第15部分：金属与合金降解产物的定性与定量
- GB/T 24196 金属和合金的腐蚀 电化学试验方法 恒电位和动电位极化测量导则
- GB/T 32792 镁合金加工产品包装、标志、运输、贮存
- ISO 7773 Magnesium alloys—Round bars and tubes—Dimensional tolerances
- ASTM G102 根据电化学测量结果计算腐蚀速率及相关数据的规程 (Standard Practice for Calculation of Corrosion Rates and Related Information from Electrochemical Measurements)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

可降解镁合金热挤压棒材 Biodegradable magnesium alloy hot-extruded bars

在镁合金再结晶温度以上通过挤压生产出的沿长度方向具有均一横截面的实心直线型镁合金产品。

4 技术要求

4.1 产品分类

4.1.1 牌号、状态及规格

可降解镁合金热挤压棒材牌号、供应状态及规格应符合表1的规定。超出表1规格范围的订货要求，由供需双方协商解决并在订货单（或合同）中注明。

表1 可降解镁合金热挤压棒材合金牌号、供应状态及规格

合金牌号	供应状态	规格/mm	
		直径	长度
EK20M	挤压后热拉校直态	4~30	300~3000
EK30M	挤压后热拉校直态	4~30	300~3000
WE43C	挤压后热拉校直态	4~30	300~400
ZE21B	挤压后热拉校直态	4~30	300~400
ZE21C	挤压后热拉校直态	4~30	300~400
ZG20A	挤压后热拉校直态	4~30	300~400
ZK60	挤压后热拉校直态	4~30	300~400

4.1.2 标记及示例

产品标记按本产品名称、标准编号、合金牌号、用途代号、规格（直径及长度）的顺序表示。标记示例如下：

示例1：EK30 牌号棒材、直径 6.00 mm、定尺长度 400.00 mm 的棒材，标记为：可降解镁合金热挤压棒材 T/CSBM-EK30-Φ6×400。

示例2：ZE21B 牌号棒材、直径 6.00 mm、定尺长度 400.00 mm 的棒材，标记为：可降解镁合金热挤压棒材 T/CSBM-ZE21B-Φ6×400。

4.2 化学成分

化学成分应符合表2的规定。

表2 可降解镁合金热挤压棒材化学成分

合金牌号	化学成分（质量分数）/%											其他元素 ^a	
	Mg	Zn	Mn	Y	Nd	Zr	-	Si	Fe	Cu	Ni	单个	总计
EK20M	余量	0.15~ 0.30	-	-	2.00~ 2.50	0.25~ 0.50	-	≤ 0.005	≤ 0.002	≤ 0.002	≤0.002	≤ 0.005	≤ 0.05
EK30M	余量	0.15~ 0.30	-	-	2.60~ 3.20	0.25~ 0.50	-	≤ 0.005	≤ 0.002	≤ 0.002	≤0.002	≤ 0.01	≤0.1
WE43C	余量	0.06	0.03	3.70~4.30	2.00~ 2.50	0.20~ 1.00	其他重稀土元素0.30~ 1.00	-	≤ 0.005	≤0.02	≤0.002	≤ 0.01	-
ZE21B	余量	1.50~ 2.50	-	0.23~0.69	0.50~ 1.50	-	-	≤0.01	≤ 0.003	≤ 0.003	≤0.003	≤ 0.01	≤ 0.10
ZE21C	余量	1.50~ 2.50	-	0.23~0.69	0.50~ 1.50	0.30~ 0.70	-	≤0.01	≤ 0.003	≤ 0.003	≤0.003	≤ 0.01	≤ 0.10

表2 可降解镁合金热挤压棒材化学成分（续）

合金 牌号	化学成分（质量分数）/%											其他元素 ^a	
	Mg	Zn	Mn	Y	Nd	Zr	-	Si	Fe	Cu	Ni	单个	总计
ZG20A	余量	1.80~ 2.20	-	-	-	-	Ca含量 0.10~0.30	≤ 0.01	≤0.003	≤ 0.003	≤0.003	≤ 0.01	≤ 0.10
ZK60	余量	4.8~6.2	-	-	-	≥0.45	-	-	-	-	-	-	≤ 0.30

^a其他元素指在本表表头中列出了元素符号，但在本表中却未规定极限数值含量的元素。

4.3 尺寸偏差

4.3.1 棒材直径与长度

可降解镁合金热挤压棒材的直径与长度允许偏差应符合表3规定。

表3 可降解镁合金热挤压棒材的直径与长度允许偏差

直径及允许偏差/mm		长度及允许偏差/mm	
公称直径	允许偏差	公称长度	允许偏差
4~30	±0.5	300~3 000	±5

4.3.2 直线度

可降解镁合金热挤压棒材的直线度，在长度方向全长的任意部位上不大于0.3 mm/m。

4.3.3 外观质量

可降解镁合金热挤压棒材表面应清洁，不应有裂纹和氧化夹杂物。其他没有规定的要求应符合GB/T 5155的规定。

4.3.4 其他

其他应符合ISO 7773的规定。

4.4 室温力学性能

4.4.1 可降解镁合金热挤压棒材的室温力学性能符合表4规定。

表4 可降解镁合金热挤压棒材的室温力学性能

合金牌号	供应状态	直径/mm	取样方向	屈服强度/MPa	抗拉强度/MPa	断后伸长率/%
				不小于		
EK20M	挤压后热拉校直态	4~30	长度方向	180	30	20
EK30M	挤压后热拉校直态	4~30	长度方向	200	250	15
WE43C	挤压后热拉校直态	4~30	长度方向	230	300	10
ZE21B	挤压后热拉校直态	4~30	长度方向	165	285	20
ZE21C	挤压后热拉校直态	4~30	长度方向	220	285	20
ZG20A	挤压后热拉校直态	4~30	长度方向	158	225	15
ZK60	挤压后热拉校直态	4~30	长度方向	150	270	25

4.5 腐蚀降解速率及降解模式

可降解镁合金热挤压棒材的腐蚀降解速率和降解模式应符合表5规定。由GB/T 10123规定均匀降解（均匀腐蚀）是指金属表面几乎以相同速度进行的全面腐蚀。全面腐蚀是指暴露于腐蚀环境中的整个金属表面进行的腐蚀。腐蚀环境选择在模拟体液（SBF或Hank's）或人工血浆中恒温37℃。如使用其他模拟体液和控制范围可以由供需双方商定，并在合同中注明。

表5 可降解镁合金热挤压棒材降解速率降解模式

合金牌号	状态	直径/mm	取样方式	腐蚀降解速率mm/year	降解模式
EK20M	挤压后热拉校直态	4~30	垂直长度方向锯切小圆片	≤0.35	均匀降解
EK30M	挤压后热拉校直态	4~30	垂直长度方向锯切小圆片	≤0.35	均匀降解
WE43C	挤压后热拉校直态	4~30	垂直长度方向锯切小圆片	≤0.35	均匀降解
ZE21B	挤压后热拉校直态	4~30	垂直长度方向锯切小圆片	≤0.35	均匀降解
ZE21C	挤压后热拉校直态	4~30	垂直长度方向锯切小圆片	≤0.35	均匀降解
ZG20A	挤压后热拉校直态	4~30	垂直长度方向锯切小圆片	≤0.35	均匀降解
ZK60	挤压后热拉校直态	4~30	垂直长度方向锯切小圆片	≤0.35	均匀降解

注：其他牌号的降解速率由供需双方商定，并在合同中注明。

4.6 低倍组织

可降解镁合金热挤压棒材的低倍组织中不允许有裂纹、分层、夹杂和可视可见的氧化膜缺陷，直径不小于10 mm的棒材应进行低倍组织检验，受检面积不小于80 cm²。其他没有规定的要求应符合GB/T 5155的规定。

4.7 显微组织

显微组织不允许有过烧。可降解镁合金热挤压棒材的晶粒度应高于8级，其他应符合GB/T 4297的规定。

4.8 断口组织

直径不小于10 mm的可降解镁合金热挤压棒材应进行断口组织检验，断口组织不允许出现目视可见的氧化膜和非金属夹杂物等有害缺陷，受检面积不小于80 cm²。

4.9 推荐热处理制度

可降解镁合金热挤压棒材推荐的热处理制度见表6。

表6 可降解镁合金热挤压棒材推荐的热处理制度

合金牌号	固溶处理		时效处理	
	温度/℃	时间/h	温度/℃	时间/h
EK20M	530±5	8-20	190~210	8~10
EK30M	530±5	8-20	190~210	8~10
WE43C	525±5	8-24	200~250	10~20
ZE21B	450±5	72	-	-
ZE21C	450±5	72	-	-
ZG20A	450±5	72	-	-

表6 可降解镁合金热挤压棒材推荐的热处理制度（续）

合金牌号	固溶处理		时效处理	
	温度/℃	时间/h	温度/℃	时间/h
ZK60	400~430	12	180	24
注：固溶处理时，在水中淬火。				

4.10 生物相容性

可降解镁合金热挤压棒材生物相容性应符合GB/T 16886.15的规定。

5 试验方法

5.1 化学成分

化学成分分析方法应符合GB/T 13748（所有部分）的规定。

5.2 尺寸偏差

可降解镁合金热挤压棒材直径用精度不低于0.01mm的量具进行测量。其他尺寸及外形用钢板尺、卷尺或专用工具检测。其他尺寸偏差采用相应精度的量具进行测量或目视检查。其他没有规定的要求应符合ISO 7773的规定。

5.3 室温力学性能

可降解镁合金热挤压棒材室温力学性能试验按照GB/T 228.1的规定进行。

5.4 腐蚀降解速率及降解模式

5.4.1 由GB/T 10123规定腐蚀速率可以采取单位时间内腐蚀深度的变化表示。由GB/T 16886.15规定选择的腐蚀介质为人工血浆，或pH为7.4±0.02的SBF，或Hank's溶液，或选择由供需双方商定的腐蚀介质。

5.4.2 测试方法1：浸泡实验按照GB/T 16886.15规定进行。试验结束后采用表面腐蚀坑深度测试仪进行腐蚀深度测量，腐蚀深度定为试样上最深的腐蚀坑的深度。

5.4.3 测试方法2：电化学测试方法按照GB/T 24196进行。数据处理按照ASTM G102进行。具体如公式（1）：

$$CR = \frac{k_1 \times i_{corr} \times EW}{\rho} \dots \dots \dots (1)$$

式中：

CR ——腐蚀速率mm/year；

k_1 —— 3.27×10^{-3} mm g/μA cm year；

i_{corr} ——腐蚀电流密度μA/cm²；

EW ——当量g⁻¹；

ρ ——合金密度g/cm³。

5.4.4 在式1中EW的计算根据ASTM G102进行。具体如公式（2）：

$$EW = \frac{1}{\sum \frac{n_i \times f_i}{w_i}} \dots \dots \dots (2)$$

式中：

n_i ——i元素在合金中的价；

f_i ——i元素的质量分数；

w_i ——i元素的原子量。

5.4.5 降解模式的确定方法为将腐蚀后的试样在显微镜下观察表面的腐蚀形貌。

5.5 低倍组织

低倍组织检验按GB/T 4297的规定进行。

5.6 显微组织

显微组织按GB/T 4296的规定进行。晶粒度按GB/T 6394的规定进行。

5.7 断口组织

可降解镁合金热挤压棒材断口组织检验方法按GB/T 3246.2规定进行。

5.8 生物相容性

可降解镁合金热挤压棒材的生物相容性测试方法按GB/T 16886.15的规定执行。

6 检验规则

6.1 检验分类

检验分为出厂检验和型式检验。

6.2 出厂检验

6.2.1 每批产品需检验，并出具合格检验报告。检验项目包括化学成分、力学性能、尺寸偏差、表面质量、低倍组织、显微组织、腐蚀降解速率、生物相容性的检验。

6.2.2 检验方案按GB/T 2828.1—2012中第1部分试验A抽检，样本量按一般检验水平II，接收质量限AQL值不低于4.0。

6.3 型式检验

6.3.1 检验项目包括本文件所有项目。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产或老产品转厂生产的试制定型鉴定；
- b) 正式生产后，如结构、材料、工艺有较大改变，可能影响产品性能；
- c) 产品长期停产后，恢复生产；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异；
- e) 行业主管部门、国家或行业质量监督机构提出要求。

6.3.2 型式检验应从出厂检验合格的样品中随机抽取5件，选择2件进行检验。

6.4 检查与验收

6.4.1 可降解镁合金热挤压棒材应由供方技术监督部门进行检验，保证产品质量符合本文件的规定，并填写质量证明书。

6.4.2 需方收到的产品后，应在5日内，按本文件的规定开箱复验。复验结果与本文件及订货合同的

规定不符时，应以书面形式向供方提出，由供需双方协商解决。属于表面质量及尺寸偏差的异议应在收到产品之日起的15日内提出，属于其他性能的异议应在收到产品之日起的一个月内提出。如需仲裁，仲裁取样由供需双方共同进行。

6.5 组批

可降解镁合金热挤压棒材应成批提交验收，每批应由同一熔次、同一状态、同一牌号、同一规格组成。

6.6 取样

可降解镁合金热挤压棒材取样应符合表4、5的规定，取样数量应符合表7规定。

表7 可降解镁合金热挤压棒材取样

检验项目	取样位置	取样数量		要求的章条号	试验或检验方法章条号
		每批	每根		
化学成分	棒材任意位置	1根(或1个/熔次)	3个	4.2	5.1
尺寸偏差	-	逐根	-	4.3	5.2
室温力学性能	符合GB/T 1177或GB/T 7314	1根	3个	4.4	5.3
腐蚀降解速率及降解模式	垂直长度方向锯切	1根	5个	4.5	5.4
低倍组织	纵向截面	1根	1个	4.6	5.5
显微组织	纵向截面	1根	1个	4.7	5.6
断口组织	长度方向取样	1根	1组	4.8	5.7
生物相容性	符合GB/T 16886.12	1根	3个	4.10	5.8
注：每根棒材指拉伸校直后的可降解镁合金热挤压棒材，硬度由承制单位工艺保证，作为出厂检验项目。					

6.7 检验结果的判定

6.7.1 化学成分不合格时，判该批不合格。

6.7.2 尺寸、外观质量不合格时，判该件产品不合格。

6.7.3 力学性能不合格时，应从该批中加取双倍数量的试样(包括原来不合格棒材)进行重复试验，重复试验结果不合格时，判该批产品不合格。但该批产品可由供方逐根检验，合格者交货。

6.7.4 低倍组织和显微组织即使存在一个试样不合格时，也应从该批产品中加取双倍数量的试样进行重复试验。重复试验结果仍有不合格者，则判该批产品不合格，但允许供方逐根检验，合格者交货。

6.7.5 腐蚀降解速率及降解模式不合格时，判该批不合格。

6.7.6 生物相容性不合格，判该批不合格。

7 标志、包装、运输和贮存

7.1 标志

可降解镁合金热挤压棒材的标志参照GB/T 32792的规定进行。在验收合格的产品前端应打上如下印记：

- a) 供方技术监督部门的印记；
- b) 批号；

- c) 合金牌号;
- d) 供应状态。

注：棒材的前端不便打印，可以在每箱制品的前端栓以标牌。标牌上应打上合金检印、批号、牌号、状态。

7.2 包装、运输和贮存

可降解镁合金热挤压棒材的包装、运输和贮存应参照GB/T 32792的规定进行。

7.3 质量证明书

每批棒材应附有符合本文件要求的质量证明书，其上注明：

- a) 供方名称、地址、电话、传真；
- b) 产品名称；
- c) 合金牌号；
- d) 规格；
- e) 供应状态；
- f) 批号；
- g) 净重和件数；
- h) 各项分析检验结果和技术监督部门印记；
- i) 本文件编号；
- j) 出厂日期(或包装日期)。

8 订货单（合同）

订购本文件所属材料的合同中应包括下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 牌号；
- c) 状态；
- d) 尺寸规格及允许偏差；
- e) 重量；
- f) 本文件要求的应在合同中注明事项；
- g) 本文件编号；
- h) 增加本文件以外内容时的协商结果。

附录 A

(资料性)

模拟体液 (SBF 和 Hank's) 成分配比

腐蚀实验采用人工模拟体液 (SBF和Hank's)，具体的成分配比如表A.1所示。

表A.1 模拟体液 (SBF 和 Hank's) 配方 (1 000 mL)

序号	配方试剂	SBF含量	Hank's含量
1	NaCl	8.035 g	8.00 g
2	NaHCO ₃	0.355 g	0.35 g
3	KCl	0.225 g	0.40 g
4	K ₂ HPO ₄ · 3H ₂ O	0.231 g	—
5	MgCl · 6H ₂ O	0.311 g	0.10 g
6	1.0 mol/L · HCl	39 mL	—
7	CaCl ₂	0.292 g	0.14 g
8	Na ₂ SO ₄	0.072 g	—
9	Tris	6.118 g	—
10	1.0 mol/L · HCl	0 mL~5 mL	—
11	MgSO ₄ · 7H ₂ O	—	0.10 g
12	Na ₂ HPO ₄ · 12H ₂ O	—	0.12 g
13	KH ₂ PO ₄	—	0.06 g
14	酚红	—	0.02 g
15	葡萄糖	—	1.00 g
注：实验用水均为蒸馏水，所用试剂均为分析纯。			