

T/CSBM

团 体 标 准

T/CSBM 0015—2021

镍钛形状记忆合金骨板形状恢复能力测试 方法

Method for Evaluating Shape Recoverability of Nickel-Titanium Shape Memory
Alloy Bone Plates

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	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 材料	1
5 试样要求	2
6 方法和原理	2
7 试验报告	5
附录 A（资料性） 实验设备	6

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：兰州西脉记忆合金股份有限公司、甘肃省医疗器械检验检测所、江阴佩尔科技有限公司、上海昕昌记忆合金科技有限公司、有研医疗器械（北京）有限公司、中国食品药品检定研究院。

本文件主要起草人：闫鹏伟、陈大雷、石勇、郑亚亚、宋丽霞、陈庆福、王玲玲、朱家珍、陈军、朱毅俊、马悦辉、李景元、缪祥文、袁志山、李君涛、汤京龙、温莉茵。

本文件首次发布。

镍钛形状记忆合金骨板形状恢复能力测试方法

1 范围

本文件规定了镍钛形状记忆合金骨板形状恢复能力测试方法的术语和定义、材料、试样要求、方法和原理、试验报告。

本文件适用于镍钛形状记忆合金骨板形状恢复能力的测试。

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/T1804—2000 一般公差 未注公差的线性和角度尺寸的公差

GB 24627 医疗器械和外科植入物用镍-钛形状记忆合金加工材

YS/T 1064 镍钛形状记忆合金术语

YS/T 1147 超弹性镍钛合金拉伸测试方法

YY/T 1771 弯曲-自由恢复法测试镍钛形状记忆合金相变温度

3 术语和定义

YS/T 1064界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

形状恢复力 Shape resilience

当镍钛形状记忆合金产品低温马氏体态变形后，在约束条件下加热至 A_f 点温度以上，产品趋向于恢复原来的形状，但因被约束而不能恢复，由此产生的力的峰值。

3.2

形状恢复率 Shape recovery rate

以模拟试样1为例，在完全奥氏体态时的原始形状以开口为 Φ_0 ，经完全马氏体态时变形（若撑开，根据YS/T 1147要求，其对应的拉伸应变适宜在2.0%~2.5%），再经高温逆相变恢复后尺寸为 Φ_1 ，形状恢复率 η 为：

$$\eta(\%) = \left(1 - \frac{|\Phi_1 - \Phi_0|}{\Phi_0}\right) \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

Φ_0 ——完全奥氏体态时的原始形状；

Φ_1 ——经高温逆相变恢复后尺寸。

4 材料

产品材料应符合 GB 24627《医疗器械和外科植入物用镍-钛形状记忆合金加工材》及骨板相应产品

技术要求。

5 试样要求

5.1 测试产品用接骨板产品，若接骨板产品不能满足要求可用模拟试样替代；产品与模拟试样结构类似可采用模拟试样的测试方法测试。模拟试样产品使用原材料应与被替代产品的原材料为同一批次，机械加工处理工艺应保持一致。

5.2 模拟试样分为开口环形、长条形，尺寸要求如图1，图2所示。

5.3 模拟试样的各性能指标、加工工艺、工艺流程和检验标准与产品要求一致。

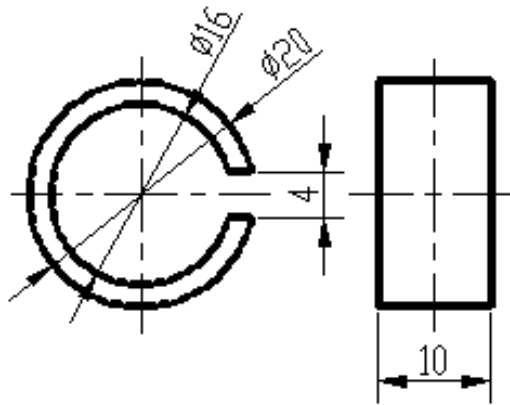


图1 模拟试样 1

注：“单位：mm，未注公差按照GB/T 1804—2000中的粗糙c等级。”

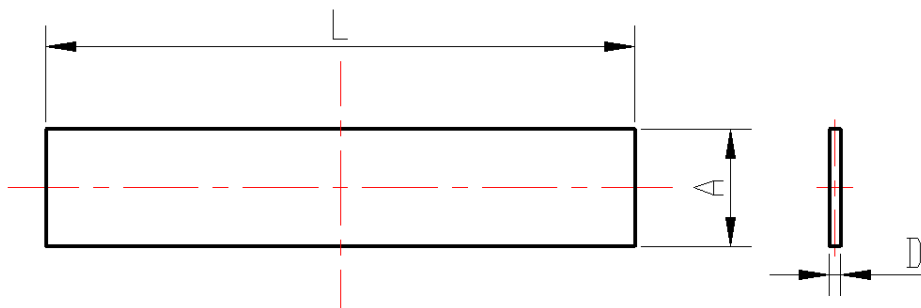


图2 模拟试样 2

注：厚度D=0.20 mm~2.50 mm，宽度(A)是厚度(D)的5~10倍，长度(L)为不小于测试芯棒周长的1.5倍，未注公差按照GB/T 1804—2000中的精密f等级。”

6 方法和原理

6.1 相变温度测试方法

6.1.1 实验原理

6.1.1.1 实验原理一：根据 YY/T 1771，镍钛形状记忆合金在马氏体相下变形，加热后恢复至原始形状，恢复至完全奥氏体相状态相对应的温度即为镍钛形状记忆合金的 A_f 点。

6.1.1.2 实验原理二：根据 YY/T 1771，将产品或试样冷却至完全马氏体状态，在马氏体相下变形，将试样加热到完全奥氏体相。在加热过程中使用自动化的信息采集系统实时采集记录温度和产品（样品）形状恢复位移数据，以温度数据为横坐标，形状恢复数据为纵坐标，点组成线的形式，绘制出温度-位移曲线。最后以切线法的方式确定镍钛形状记忆合金恢复至完全奥氏体相时对应的温度，即为镍钛形状记忆合金的 A_f 点。

6.1.2 仪器及试剂

- 6.1.2.1 恒温水浴槽（升温速率需保持在 $4\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 以内）。
- 6.1.2.2 可实时显示温度的高精度温度计（精度不小于 $0.5\text{ }^\circ\text{C}$ ）。
- 6.1.2.3 水和 $0\text{ }^\circ\text{C}\sim 5\text{ }^\circ\text{C}$ 冰水的混合物或其他冷却介质。
- 6.1.2.4 高精度位移传感器或自动化的形状恢复位移信息采集系统（可形成位移曲线图）。
- 6.1.2.5 测量工具（游标卡尺等，精度不小于 0.02 mm ）。
- 6.1.2.6 其它设备。

6.1.3 实验步骤

6.1.3.1 原理一实验步骤

试验步骤如下：

- a) 测量试样原始尺寸（若以内径表示） Φ ，将测试产品冷却至完全马氏体相状态，将产品变形即开口尺寸大于产品内径尺寸 $10\%\sim 30\%$ ；
- b) 将变形后的产品放入恒温水浴槽中，逐渐提高温度，直至产品恢复原始形状，此时的温度即为产品的 A_f 点。

6.1.3.2 原理二实验步骤

试验步骤如下：

- a) 测量试样原始尺寸（若以开口尺寸表示） Φ ，将测试产品在 $0\text{ }^\circ\text{C}\sim 5\text{ }^\circ\text{C}$ 冰水混合物中冷却至完全马氏体相状态，将产品变形即开口尺寸大于产品内径尺寸 $10\%\sim 30\%$ ；
- b) 将变形后的产品（样品）放入恒温水浴槽中，安装高精度位移传感器，逐渐提高温度，将高精度温度计放置在测试样品周围开始实时采集温度数据，开启自动化的形状恢复信息采集系统开始采集形状数据；
- c) 加热速度保持恒定且不超过 $4\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ ；
- d) 产品恢复至原始形状对应的温度以上至少 $10\text{ }^\circ\text{C}$ 时，停止测试；
- e) 用软件分析系统绘制出温度-位移曲线，用切线法在温度-位移曲线上确定相变温度，通过计算取得曲线上最大斜率的切线与恢复形变后的切线交点即为样品相变温度 A_f 。

6.2 形状恢复力

6.2.1 试验原理

将测试产品在 $0\text{ }^\circ\text{C}\sim 5\text{ }^\circ\text{C}$ 冰水的混合物中冷却至完全马氏体相状态，产品进行变形，变形后放置实验夹具上，加热至完全母相状态，在实验夹具显示表上读出恢复力最大数值即为产品形状恢复力。

6.2.2 仪器及试剂

- 6.2.2.1 恢复力测试仪（精度不小于 0.1 N ）。
- 6.2.2.2 恒温水浴槽。

- 6.2.2.3 温度计（精度不小于 0.5 °C）。
- 6.2.2.4 水和 0 °C~5 °C 冰水混合物或其他冷却介质。
- 6.2.2.5 测量工具（游标卡尺等，精度不小于 0.02 mm）。
- 6.2.2.6 其它变形工具。

6.2.3 试验步骤

- 6.2.3.1 恒温水浴槽中加入一定量的水（水位没过产品放置在恢复力测试仪的位置），水温加热至产品 A_f 点。
- 6.2.3.2 产品放置在 0 °C~5 °C 冰水混合物中充分冷却，将产品变形即开口尺寸大于产品内径尺寸 10%~30%。
- 6.2.3.3 产品装夹在恢复力测试仪上，将测试仪放入上述 6.2.3.1 表述状态的恒温水浴槽中，待测试仪显示基本稳定后，读出恢复力测试仪上的最大数值，测量三次取平均值即为产品的形状恢复力。

6.3 形状恢复率

6.3.1 试验原理

将测试试样在 0 °C~5 °C 冰水的混合物中冷却至完全马氏体相状态，试样进行变形，变形后加热至完全母相状态，试样的形状、尺寸发生变化，通过测量试样变形前后的尺寸，根据 3.2 条中的公式计算形状恢复率。

6.3.2 仪器及试剂

- 6.3.2.1 恒温水浴槽。
- 6.3.2.2 温度计（精度不小于 0.5 °C）。
- 6.3.2.3 水和 0 °C~5 °C 冰水混合物或其他冷却介质。
- 6.3.2.4 测量工具（游标卡尺等，精度不小于 0.02 mm）。
- 6.3.2.5 夹持工具。
- 6.3.2.6 标准芯棒，芯棒材质为合金钢（芯棒直径应是试样厚度的 39 倍~49 倍，相当于试样弯曲外部产生 2.0%~2.5% 的拉伸变形）。
- 6.3.2.7 其它变形工具。

6.3.3 试样 1 测试方法

- 6.3.3.1 恒温水浴槽中加入一定量的水（水位没过产品放置在恢复力测试仪的位置），水温加热至产品 A_f 点。
- 6.3.3.2 测量产品或模拟试样 1 开口尺寸 Φ_0 ，将试样 1 放置在 0 °C~5 °C 冰水混合物中充分冷却。将试样 1 变形即开口尺寸大于其原内径尺寸 10%~30%，测量变形后的开口尺寸 Φ_x 。
- 6.3.3.3 产品或模拟试样 1 放置水浴槽中至完全奥氏体相，取出后测量开口尺寸 Φ_1 ，根据形状恢复率公式计算形状恢复率即为产品的形状恢复率。

6.3.4 试样 2 测试方法

- 6.3.4.1 恒温水浴槽中加入一定量的水（水位没过产品放置在恢复力测试仪的位置），水温加热至产品 A_f 点。
- 6.3.4.2 测量试样 2 的平行度及与水平面的角度 θ_0 ，将试样 2 夹持后放置在 0 °C~5 °C 冰水混合物中冷却至完全马氏体相。将试样 2 沿标准芯棒变形。

6.3.4.3 将变形后的试样2放入恒温水浴槽中至完全奥氏体相，测量试样2恢复后的角度 θ_2 。根据形状恢复率公式计算形状恢复率即为产品的形状恢复率。计算公式见公式(2)。弯曲测试镍钛形状记忆合金的形状恢复率的示意图见图3。

$$\eta(\%) = \left(1 - \left|\frac{\theta_2}{\theta_0}\right|\right) \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

θ_0 ——测量试样2的平行度及与水平面的角度；

θ_2 ——测量试样2恢复后的角度。

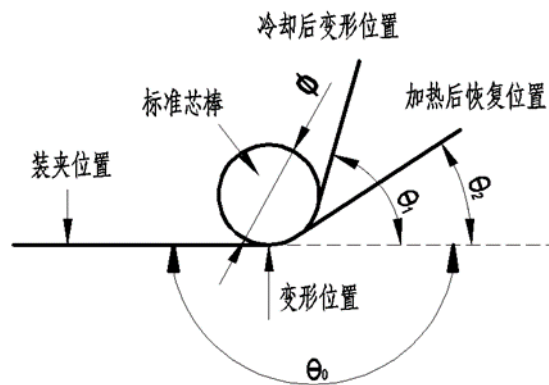


图3 弯曲测试镍钛形状记忆合金的形状恢复率的示意图

7 试验报告

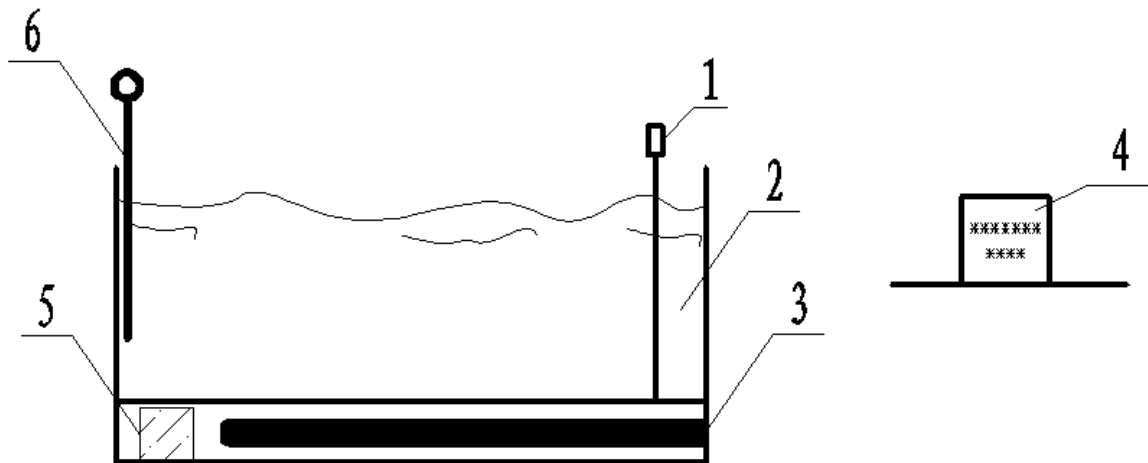
试验报告应包括下列内容：

- 产品名称、材料名称、生产厂家、试样标识、试验日期；
- 实验结构数据的记录；
- 实验人员及管理人士的签名；
- 所有未被本文件规定的操作，包括试验中的异常现象。

附录 A
(资料性)
实验设备

A.1 恒温水箱

A.1.1 恒温水箱见图A.1。



图A.1 恒温水浴箱

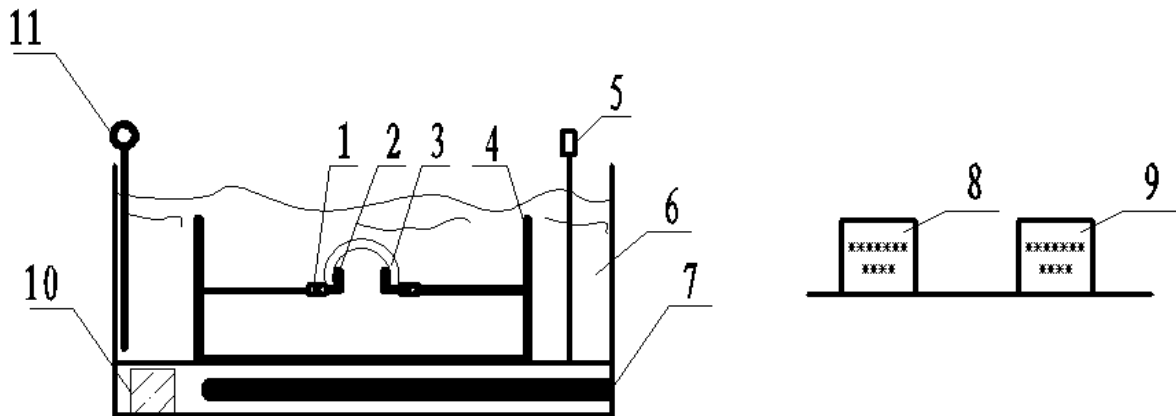
注：1—热电偶；2—恒温水浴箱体；3—加热器；4—温度控制仪；5—循环泵（搅拌器）；6—温度计。

A.1.2 仪器说明

- A.1.2.1 热电偶用于对恒温水浴箱的水温进行监测。
- A.1.2.2 恒温水浴箱体是用于盛水和安装各种设备仪器。
- A.1.2.3 加热器用于对恒温水浴箱中的水进行加热。
- A.1.2.4 温度控制仪用于对恒温水浴箱的水温进行监测显示和水温控制调节。
- A.1.2.5 循环泵（搅拌器）用于对恒温水浴箱的水进行循环，使箱中水温保持均匀。
- A.1.2.6 温度计用于对恒温水浴箱的水温进行校验。

A.2 形状恢复力测试仪

A.2.1 形状恢复力测试仪见图A.2。



图A.2 形状恢复力测试仪

注：1—拉力(压力)传感器；2—产品放置夹具；3—产品或试样；4—测力夹具；5—热电偶；6—恒温水浴箱体；7—加热器；8—温度控制仪；9—恢复力显示器；10—循环泵；11—温度计。

A.2.2 仪器说明

- A.2.2.1 拉力(压力)传感器用于测试产品的形状恢复力。
- A.2.2.2 产品放置夹具用于在测试形状恢复力时产品的安装装夹。
- A.2.2.3 产品或试样。
- A.2.2.4 测力夹具用于安装形状恢复力测试装置的安装装夹。
- A.2.2.5 热电偶用于对恒温水浴箱的水温进行监测。
- A.2.2.6 恒温水浴箱体是用于盛水和安装各种设备仪器。
- A.2.2.7 加热器用于对恒温水浴箱中的水进行加热。
- A.2.2.8 温度控制仪用于对恒温水浴箱的水温进行监测显示和水温控制调节。
- A.2.2.9 恢复力显示器主要显示形状恢复力的数值及对拉力(压力)传感器的控制。
- A.2.2.10 循环泵用于对恒温水浴箱的水进行循环，使箱中水温保持均匀。
- A.2.2.11 温度计用于对恒温水浴箱的水温进行校验。