



中华人民共和国医药行业标准

YY/T 0641—2008

热分析法测量 NiTi 合金相变温度的 标准方法

Standard test method for transformation temperature of nickel—
Titanium alloys by thermal analysis

2008-04-25 发布

2009-06-01 实施



国家食品药品监督管理局 发布

前 言

本标准等同采用美国标准 ASTM F 2004-00《热分析法测量 NiTi 合金相变温度的标准方法》。

本标准由国家食品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归口。

本标准由有研亿金新材料股份有限公司起草。

本标准主要起草人：冯景苏、王江波、缪卫东、孙秀霖、杨华。

热分析法测量 NiTi 合金相变温度的 标准方法

1 范围

本标准规定了测量 NiTi 形状记忆合金相变温度的程序。

在 SI 单位中标示的值被认为是标准的。

本标准不表明涉及与标准的使用有关的安全性。在使用前建立专用的、确保使用安全和人员健康的操作规程,并确定管理范围的适用性,是本标准使用者的责任。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

ASTM E 473 热分析术语

ASTM E 967 示差扫描量热计和差热分析仪温度校定的实际操作

ASTM E 1142 热物理学术语

ASTM F 2005 NiTi 形状记忆合金术语

3 术语

本试验方法使用的专业技术术语见 ASTM E 473、ASTM E 1142 和 ASTM F 2005。

4 试验方法概要

本试验方法包括以控制的速率,在控制的环境中,在相变温度区间加热和冷却试验样品;在试验材料和参照材料之间引起能量改变的热流量差被连续监测和记录;由于样品相变造成的热量吸收引起加热曲线上出现吸热峰;由于样品相变造成的热量释放引起冷却曲线上出现放热峰。

5 意义和使用

5.1 示差扫描量热计提供了一种快速测量 NiTi 形状记忆合金相变温度的方法。

5.2 这种试验方法使用小的、无应力的、退火态的样品测量名义含量 54.5 wt%~56.5 wt%Ni 的 NiTi 合金在特定温度下是否是奥氏体相或马氏体相。由于这些合金的化学分析方法精度不够,不能通过测量合金的 NiTi 含量比来确定相变温度,因此推荐直接测量已知热加工史的退火样品的相变温度。

5.3 这种试验方法可用于质量控制、性能验收和材料研究。

5.4 从示差扫描量热法得到的相变温度可以与用其他由于应变和载荷影响相变的试验方法得到的相变温度不一致。

6 干扰

6.1 因为使用毫克级样品,应确保被试验样品是均匀的。

6.2 需仔细准备样品,样品在切割和磨光时可能产生冷加工,对相变温度有影响。热处理过程中产生的氧化可改变样品的热传导性。

6.3 需设置气流,以便在试验仓内提供足够的热传导。

7 仪器

7.1 使用加热和冷却速率可达到 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$,能按照要求的灵敏度和精确度自动记录被测样品和参照样品之间输入能量差的示差量热计。

7.2 使用由铝或其他高导热惰性材料制成的样品皿或盘。

7.3 使用洁净氮气或氦气。

7.4 使用感量 0.1 mg ,量程 100 mg 的分析天平。

8 制样

8.1 使用 $(20\sim 50)\text{mg}$ 样品,切割样品,得到与 DSC 样品盘接触的最大表面。

8.2 在真空中,或充分保护防止氧化的空气中 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 15 min 退火。迅速冷却样品,防止发生可改变合金相变温度的相析出。

8.3 清洁样品,去除所有外来材料污染,如切削液。如果样品在热处理、磨样、抛光或腐蚀过程中被氧化,应去除氧化层。操作应小心,避免样品产生冷加工,因为冷加工会改变样品的热效应(特性曲线)。允许轻微氧化,但是应去除所有厚氧化皮。

9 温度校定

按照 ASTM E 967,使用与实际检测样品时使用的相同的加热速率、洁净气体和流动速率校定仪器的温度坐标轴。

10 试验步骤

10.1 将样品放入样品盘,样品盘放在试验台上。

10.2 将空盘放在对照台上。

10.3 打开洁净气体,流速 $(10\sim 50)\text{mL}/\text{min}$ 。

10.3.1 样品室使用氦气或氮气作为洁净气体。

10.3.2 使用干燥空气、氮、氮或氧覆盖气体。干燥空气的露点应低于冷却循环的最低温度。

10.4 运行冷却和加热程序。

10.4.1 加热和冷却速率 $(10\pm 0.5)^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

10.4.2 加热样品从室温到至少 $A_f+30\text{ }^{\circ}\text{C}$;在该温度下用炉子保持一定时间,使样品充分均匀。

10.4.3 冷却样品到 $M_f-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下,在该温度下用炉子保温一定时间,使样品充分均匀。然后加热样品到至少 $A_f+30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

10.5 记录从 $A_f+30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 到 $M_f-30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 加热和冷却过程的结果曲线。

11 图示数据的转换

11.1 绘制曲线的冷却和加热部分的基础线,如图 1 所示。

11.2 通过拐点绘制冷却和加热曲线最大值的切线,如图 1 所示。如果使用计算机程序绘制切线,必须仔细选取切点的定位。

11.3 从曲线相应峰的最大斜线的延线与基线的交点得到 M_s 、 M_f 、 A_s 和 A_f ,如图 1 所示。 A_p 是吸热曲线的最小峰值, M_p 是放热曲线的最大峰值。直接从曲线图读 A_p 和 M_p ,如图 1 所示。

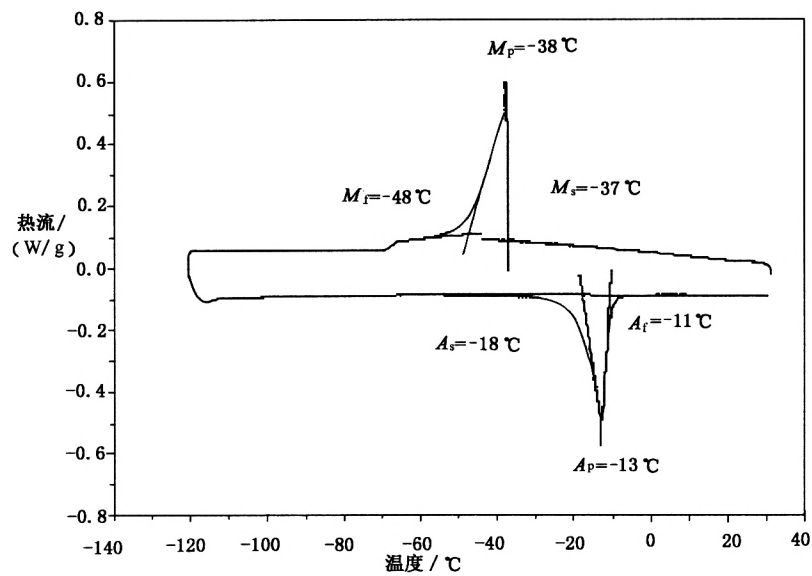


图 1 NiTi 合金 DSC 曲线

12 报告

12.1 用试验结果报告下列信息：

- 12.1.1 完成试验材料的识别和描述,包括规格和批次号。
- 12.1.2 试验使用仪器的描述。
- 12.1.3 样品的质量、尺寸和形状的陈述。
- 12.1.4 样品盘的材料和温度程序。
- 12.1.5 温度校定程序的描述。
- 12.1.6 样品环境的识别,包括气体、流速、纯度和成分。
- 12.1.7 根据 ASTM F 2005“术语”,使用术语表示转变温度测量结果。温度结果应被报告到最接近的 1 °C。

13 精度和偏差

精度和偏差应编入下一步试验程序的计划。

14 关键词

示差扫描量热计,DSC, 镍钛合金,NiTi, 形状记忆合金,TiNi,转变温度。

中华人民共和国医药
行 业 标 准
热分析法测量 NiTi 合金相变温度的
标准方法

YY/T 0641—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字

2008年9月第一版 2008年9月第一次印刷

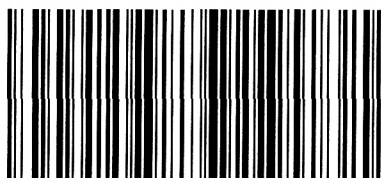
*

书号:155066·2-19054 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



YY/T 0641—2008