

# 《镍钛形状记忆合金相变温度测定方法》行业标准

## 编制说明

(送审稿)

2023年7月10日

# 镍钛形状记忆合金相变温度测定方法编制说明

## 1 工作简况

### 1.1 任务来源

根据工业和信息化部《2022年第一批行业标准制修订和英文版项目计划》（工信厅科〔2022〕94号）要求，由有研亿金新材料有限公司负责起草《镍钛形状记忆合金相变温度测定方法》有色金属行业标准，项目编号为2022-0055T-YS，项目周期18个月，计划完成年限为2023年10月。

### 1.2 标准制定的必要性

镍钛形状记忆合金具有超弹性能、记忆性能和阻尼性能等特殊功能性，可广泛用于医疗器械、航空、航天和舰船等领域，实现口腔正畸、驱动、解锁、释放和分离等功能。本标准规定了镍钛形状记忆合金相变温度测定方法。该方法适用于通过测量热相变过程的回复变形量进行马氏体逆相变相变温度的测定。适用于马氏体逆相变终了温度 $A_f$ 介于 $-25^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$ 的完全退火态或热处理态丝材、管材或者带材。本测试方法提供一种快速、经济的确定相变温度的方法。但是其测试精度要低于示差扫描量热法（DSC法）。因此，由弯曲和自由回复法测试的相变温度结果和从示差扫描量热法得到的相变温度不一致，这主要是由于弯曲和自由回复法测试过程中相变温度受应变和载荷影响。

本标准主要用到线性和旋转可变差动变压器测量位移。线性可变差动变压器LVDT由一个初级线圈、两个次级线圈及可动铁芯构成，通过一次线圈与二次线圈弱电磁耦合，使得铁芯的位移变化量与输出电讯号变化量呈线性关系。当铁芯处于中间位置时，两个次级线圈产生的感应电动势相等，输出电压为零；当铁芯在线圈内部移动并偏离中心位置时，两个次级线圈输出的电压之差值与铁芯的位移量成正比的关系。旋转可变差动变压器（RVDT）采用与LVDT相同的差动变压器原理。差动变压器是位移、距离、伸长、移动、厚度、振动、膨胀、液位、压缩、应变等的检测和分析的有力工具，在各种工业领域有着广泛的应用。

YS/T 970-2014标准与现行F2082-2016国外标准存在判定方法的不同，与现行国外标准脱节，无法满足测试评价需求，影响镍钛形状记忆合金相变温度测定方法—弯曲与自由回复法在国内企业、测试机构的实施和评价，应用国内外两种标准检测的原始报告、测量结果存在偏差，影响测试结果公信力，难于获得国际企业的认可。通过修订本标准，与现行国外标准接轨，满足国内记忆合金相关企业、行业对镍钛形状记忆合金相变温度测定方法的要求。

### 1.3 起草单位起草人所作工作

#### （1）有研亿金新材料有限公司

有研亿金新材料有限公司成立于2000年，现为有研新材料股份有限公司全资子公司。为国家技术创新示范企业、中国有色金属学会贵金属学委会副主任单位，全国有色金属标委会贵金属分标委会副主任单位。有研亿金主要从事稀有金属和贵金属材料两大领域的相关产品的生产、研究、开发和销售。镍钛形状记忆合金产品有热驱动元件、记忆环、防伪产品以及手机天线和眼镜架用丝材；其大部分产品为国内首创，拥有自主知识产权，性能稳定，质量可靠，达到国际先进水平。有研亿

金历年承担国家级、省部级科技开发项目近百项，获部级奖 56 项，授权专利 228 项，国家科技进步奖 3 项，国家发明奖 9 项，全国科学大会奖 2 项，国家科技进步奖特等奖子项奖 1 项。公司牵头起草了镍钛形状记忆合金丝材恒温拉伸试验方法、镍钛形状记忆合金记忆性能测试方法、超弹性镍钛合金拉伸试验方法等十余项国行标，为我国生物医用材料产业的发展起到了重要支撑作用。

#### （2）有研工程技术研究院有限公司

有研工程技术研究院有限公司是国务院国资委管理的中央企业中国有研科技集团有限公司的二级全资子公司。成立于 2018 年，已入选国务院国资委“科改示范企业”。主要从事有色金属新材料战略高技术和前沿技术研发，产业化关键技术和行业共性技术开发，中试生产和成果转化。拥有有色金属材料制备加工国家重点实验室、智能传感功能材料国家重点实验室等四个国家级创新平台。在镍钛合金方面主要从事液压管路用高精度钛镍形状记忆合金管接头、记忆合金及器件性能测试等方面的研究工作，已成功用于我国航空航天等领域，居当前国际先进水平。

#### （3）有研医疗器械（北京）有限公司

有研医疗器械（北京）有限公司是有研新材料股份有限公司之全资子公司，专业从事医疗器械的研发、生产、销售。有研医疗为中国医疗器械行业协会会员单位、中国医疗器械行业协会外科植入物专委会会员单位、全国外科植入物和矫形器械标委会标委单位、全国口腔材料及器械设备标委会标委单位。有研医疗主要研发、生产、销售二类、三类医疗器械及生物医用新材料，目前拥有口腔正畸、口腔修复、微创介入、骨科矫形等产品，包括口腔正畸用牙弓丝、托槽、颊面管、齿科贵金属修复合金、漏斗胸矫形器等。公司作为国内权威生物医用及功能材料研发单位，历年来承担国家级、省部级科技开发项目近百项，获国家及部级科技进步奖数十项，拥有众多自主知识产权和专利技术。

#### （4）北京时代藏连科技有限公司

北京时代藏连科技有限公司专业从事形状记忆合金材料及其制品的研究开发和生产，研究开发有 TiNi、TiNiNb、TiNiCu、TiNiFe、TiNiCr、CuZnAl 等记忆合金材料及其制品。承担了多项军工配套研制任务，代表性的记忆合金军工配套产品有：记忆环（钛镍合金环）、传感器用预紧环、航天用太阳能帆板展开解锁驱动件、弹用大直径作动环、武器用大尺寸密封紧固环、高性能驱动丝、双程记忆合金驱动丝等。通过了 ISO9001 质量管理体系认证，取得了国家高新技术企业证书，为我国记忆合金在军工领域的配套应用做出了重要贡献。公司已参与制定《双程钛镍形状记忆合金丝材》等有色行业标准，具有相关的性能检测仪器。

#### （5）西安思维智能材料有限公司

西安思维智能材料有限公司（曾用名西安思维金属材料有限公司），前身为西安赛特金属材料开

发有限公司镍钛合金生产事业部，成立于 2012 年，已通过 ISO 9001、ISO14001 及 GB/T28001-2011 管理体系认证。公司主要从事镍钛形状记忆合金材料、高品质钛合金棒、丝、板材的生产，其中镍钛合金材料、航空、航天紧固件用高品质钛合金棒、丝材为公司主导产品。“高阻尼超弹性镍钛形状记忆合金及制品产业化”、“临床医疗用超弹性镍钛形状记忆合金超细丝材”等多个项目获得国家火炬计划、陕西省科学计划研究发展计划、科技型中小企业等基金支持。公司依托西北有色金属研究院在钛合金材料领域雄厚的技术力量和近 30 年的镍钛形状记忆合金功能材料科研成果，业务不断拓展、生产规模日益壮大，成为国内镍钛形状记忆合金功能材料产业领域的领先者。公司参与制定镍钛形状记忆合金丝材恒温拉伸试验方法、镍钛形状记忆合金记忆性能测试方法、超弹性镍钛合金拉伸试验方法等有色行业标准。

#### (6) 苏州国嘉记忆合金有限公司

苏州国嘉记忆合金有限公司（原苏州西脉记忆合金有限公司）于 2013 年 4 月成立，2015 年 6 月正式更名为苏州国嘉记忆合金有限公司，注册资金 1000 万元人民币。公司位于江苏省苏州市常熟高新技术产业开发区金都路 8 号，是国内专业化从事形状记忆合金材料以及衍生产品的研发、生产和销售的高新技术企业。公司设有形状记忆合金产品研发中心，组建了包括材料、电气、机械、医疗等方面专业人才的研发团队，以“产、学、研、用”相结合的方式与北京航空航天大学、厦门理工学院、国家电网公司等科研机构建立了广泛而深入的科研合作。公司配有一系列多台套专用制备和测试设备，积极从事前端新产品的研发，已申请专利 33 项。公司形成了形状记忆合金板材、棒材、丝材、管材、记忆合金电力系列产品、记忆合金温控元件、记忆合金连接器等成熟的产品线，主要为电力、高铁、石油、石化和船舶等领域提供专业的服务与产品。

本标准主要起草人及工作职责见表 1。

表 1 主要起草人及工作职责

序号	职责及分工	起草人姓名
1	标准执笔人，负责标准编制过程中方案及文件的编制；负责数据的汇总及确定。	冯昭伟
2	负责标准制定过程的管理及协调，技术方案指导，参与标准指标的讨论与确定	何金江、滕海涛、缪卫东
3	负责测试数据汇总，验证，参与标准指标的讨论、标准文稿的修订	刘书芹、李艳锋、王振强、高宝东、白智辉、张宝祥、袁志山、王江波、宋晓云、李富强、韩步云

## 1.4 主要过程和内容

有研亿金新材料有限公司接到标准制定任务后，联系有研工程技术研究院有限公司、有研医疗器械（北京）有限公司、北京时代瀚连科技有限公司、有研亿金新材料（山东）有限公司、西安思维智能材料有限公司、中国有色金属工业标准质量计量研究所、苏州国嘉记忆合金有限公司，组织相关技术人员，成立了标准编制小组，并落实起草任务，确定标准的主要起草人，拟定该标准的工作计划。具体分工为：有研亿金新材料有限公司总负责、市场和同行业信息收集、资料汇总及执笔；有研工程技术研究院有限公司、有研医疗器械（北京）有限公司、北京时代瀚连科技有限公司负责标准数据的验证、标准文稿的修订。有研亿金新材料（山东）有限公司、西安思维智能材料有限公司、中国有色金属工业标准质量计量研究所、苏州国嘉记忆合金有限公司负责标准文稿的修订。各企业分工明确，紧密合作，共同完成标准的制订工作。

主要工作过程经过以下几个阶段：

### 1.4.1 起草阶段

2022年4月工业和信息化部发布《2022年第一批行业标准制修订和外文版项目计划》（工信厅科[2022]94号），下达标准项目编号：2022-0055T-YS，在接到标准制定计划通知后，有研亿金组织标准调研工作，初步确定了标准主要的修改和完善方向。

2022年8月在湖北宜昌召开的有色标准工作会议对本标准进行任务落实，会上对标准修改内容、修改背景等内容做了汇报。为了作好本标准的制订工作，会后成立了标准编制小组，制订了工作计划、任务分工，有研医疗器械（北京）有限公司、西安思维金属材料有限公司、西安赛特金属材料开发有限公司、中国有色金属工业标准质量计量研究所、有研工程技术研究院有限公司等单位为参编单位。

2023年2月，在ASTM标准（美国材料与试验学会标准）和原行业标准的基础上，结合国内检测单位的技术水平和用户的需求，并查阅相关技术资料 and 咨询相关专家，形成了《镍钛形状记忆合金相变温度测定方法》行业标准的《讨论稿》及《编制说明》。

### 1.4.2 征求意见阶段

1、2023年2月21日-2月23日，在广东佛山召开的有色标准工作会议对本标准进行讨论，来自全国有色稀有金属标准化分技术委员会、国标（北京）检验认证有限公司、广东省科学院工业分析检测中心、北矿检测技术有限公司、有研医疗器械（北京）有限公司、北京时代瀚连科技有限公司、西安思维智能材料有限公司、苏州国嘉记忆合金有限公司等单位的40多位专家对《镍钛形状记忆合金相变温度测定方法》进行了讨论，并提出了宝贵意见，主要包括：（1）标准文本按照中国标准的表述方法进行修订，不是翻译国外标准；（2）术语和定义中删除已颁布标准中的术语；（3）编

制说明中变化按照章节顺序逐一系列明。

2、2023年5月29日~31日有色标委会在大理召开预审会。来自宝鸡钛业股份有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、西北稀有金属材料研究院宁夏有限公司、西北有色金属研究院、全国有色稀有金属标准化分技术委员会等单位的40余位专家对《镍钛形状记忆合金相变温度测定方法》（预审稿）进行了讨论，并提出了宝贵意见。主要包括（1）标准文本进一步精炼，尤其是仪器设备章节修订；（2）术语和定义中“线性可变差动变压器 LVDT”、“旋转可变差动变压器 RVDT”这两常用术语建议删除；（3）需明确9章节中样品的状态。会后，编制组根据讨论会意见和多方相关调研和数据验证汇总情况，对标准《讨论稿》及《编制说明》进行了修改，形成《送审稿》及《送审稿编制说明》。

#### 1.4.4 审定阶段

1、2023年7月17日-7月20日在湖北十堰召开本标准的审定会，来自全国有色稀有金属标准化分技术委员会、国标（北京）检验认证有限公司、有研亿金新材料有限公司、有研工程技术研究院有限公司、有研医疗器械（北京）有限公司等单位的xx多位专家对《镍钛形状记忆合金相变温度测定方法》进行了讨论，并提出了宝贵意见和建议。主要包括：xxxx

会后，编制组根据讨论会意见和多方相关调研情况，对标准《送审稿》及《送审稿编制说明》进行了修改，xxxx。

#### 1.4.5 报批阶段

## 2 编制原则和依据

本标准起草单位自接受起草任务后，本标准编制组收集了生产记忆合金产品国内外客户检测要求等信息，确定了《镍钛形状记忆合金相变温度测定方法》标准起草所遵循的基本原则和编制依据：

1) 标准的格式严格按照 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》以及《有色金属冶炼产品国家标准、行业标准编写示例》的规定进行。

2) 本标准参考 ASTM F2082 标准，在相应国外标准修订后，需要对国内标准进行同步修订。在不降低原有标准技术水平的情况下，顾及到用户的产品需求和国内测试检测水平，进行了部分调整，以使原有标准更有操作性。根据国内外镍阳极用户、制造商及原料供应商具体情况，力求做到标准的合理性与实用性；

3) 本标准是对 YS/T 970-2014 有色行业标准的修订，修订后与现行 ASTM F2082M-16 标准的判定方法和示例图一致，利于规范国内产品检验标准，与国际标准接轨，方便产品进入国际市场。同时也有利于对相关产品进行质量控制，对国内企业及相关行业的技术进步将产生积极的推动作用。

### 3 主要内容的确定依据

本标准对 YS/T 970-2014 标准的修订，主要修订、增加内容如下：

#### 3.1 范围

根据标准格式要求，删除了“适用于马氏体逆相变终了温度  $A_f$  介于  $-25^{\circ}\text{C}\sim 90^{\circ}\text{C}$  的完全退火态或热处理态丝材、管材或者带材”内容。

#### 3.2 规范性引用文件

因为 YS/T 1064 镍钛形状记忆合金术语标准已发布实施，在规范性引用文件里增加了对“YS/T 1064 镍钛形状记忆合金术语”的引用。

#### 3.3 术语和定义

1) “下列术语和定义适用于本文件。”表述修改为“YS/T 1064 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。”

2) 因为“自由回复、马氏体逆相变开始温度、 $R'$ 相相变开始温度”已在 YS/T 1064 标准中进行了界定，本次标准修订删除了这 3 个术语内容。

3) 删除了“线性可变差动变压器 LVDT”、“旋转可变差动变压器 RVDT”这两个术语。直线位移传感器 LVDT、角位移传感器 RVDT 目前已经是通用术语，本次标准修订予以删除。

4) 新增“95%变形回复法马氏体逆相变结束温度  $A_{f-95}$ ”、“切线法马氏体逆相变结束温度  $A_{f-c}$ ”术语和定义。

本次标准修订新增了“切线法马氏体逆相变结束温度”术语，是使用弯曲和自由恢复的切线方法测量的相变温度，是区分与示差扫描量热法（DSC 法）、电阻法等其他方法的。是一种快速、经济的确定相变温度的方法，也更贴合与实际应用。但是其测试精度要低于示差扫描量热法（DSC 法），这主要是由于弯曲和自由回复法测试过程中相变温度受应变和载荷影响。

本次标准新增了“95%变形回复法马氏体逆相变结束温度  $A_{f-95}$ ”。对于残存冷加工等材料可能出现最后回复应变随温度缓慢变化的迟滞现象，这时候采用回复百分率法测定相变温度可能要优于切线法，因为回复百分率法确定的  $A_f$  温度可以更接近于真实的马氏体-奥氏体转变温度，确定材料的完全回复温度也是不切合实际的，因为最后的 1%-2%动作通常分散在几度温度之间，造成何时停止测试，确定 100%的回复温度存在着不确定性，误差较大。引入“95%变形回复法马氏体逆相变结束温度  $A_{f-95}$ ”定义和参数能够减弱相变温度检测误差，对于统一评价方法、提高测量数值的精确度和重复性有帮助。

#### 3.4 原理

对原理表述进行了精炼，并增加了“对于一步或两步相变，使用弯曲和自由回复的95%变形回复法测量 $A_f$ ”内容。

### 3.5 仪器设备

对标准内容及格式进行优化调整，以符合标准的要求。主要是对重复表述内容进行了删减、增加了视觉系统设备等内容，调整了仪器设备排列顺序、表述方式进行了调整。

1) 删减了LVDT系统、RVDT系统中“直线/角位移传感器应配有电源、热电偶和温度指示器。”、“测量试样直线/角度位移时可以采用等效的方法。”内容。

2) 增加“视觉测试系统，包括数据采集模块、数据处理模块（摄像机、温度计、光源）等装置，可绘制温度数据和视觉数据变化图。”内容。

3) 本标准仪器设备章节表述方式统一修改为先写仪器设备名称，再写仪器设备要求、用途。

4) 标准中删除了“测量时应对LVDT的铁芯进行配重，安装适当的平衡块，使落到样品上的铁芯重量不高于3g”、“角位移传感器量程需大于 $45^\circ$ ”、“可绘制温度数据和视觉数据变化图。”、“热电偶和温度指示器应处于校正状态”、“加热板的功率应能保证液体加热均匀和升温速度稳定”、“作为冷却介质，用于试验初期冷却导热液体”、“根据样品的直径或厚度选择样品变形用的芯轴，芯轴的直径应是样品直径或厚度的39倍到49倍，弯曲变形的样品外侧线应变变量达到2%~2.5%”、“夹具的设计保证样品回复变形过程不发生打滑现象”等描述性表述，标准文本更加精炼。

### 3.6 样品

增加了样品章节内容，样品章节内容从实验步骤章节中脱离，独立成为标准第6章节，更符合测试方法标准的格式要求。

### 3.7 试验步骤

本部分删除了样品内容，其他对个别文字表达进行优化。

### 3.8 相变温度的确定

1) 8.1章节增加“使用切线法确定相变温度 $R'_s$ 、 $R_f$ 、 $A_s$ 或 $A_f$ ，或者用95%变形回复法确定 $A_o$ ”内容。

2) 8.2章节修订原标准YS/T 970-2014中图5、图6的“切线法在位移-温度曲线上确定相变温度”图形。原标准示例图中位移随温度升高而降低，修订后将试样弯曲变形后与测试设备接触点为回复位移起始点，回复位移随温度升高而增加，与ASTM F2082标准一致，修订后的检测方法图形的物理意义更易理解，评价方法更科学，统一了镍钛合金材料用户的验收标准，提高了标准的可执行性。



3) 8.3 章节增加“图 7 回复百分率法：相变温度  $A_{f-95}$ ”示意图。在术语、原理增加回复百分率法确定  $A_f$  温度、 $A_{f-95}$  术语定义、原理基础上，在第 8 章增加了回复百分率法确定转变温度  $A_{f-95}$  的示例图。

4) 8.3 章节增加了  $A_{f-95}$  的判定方法。增加“当变形回复率达到 95% 时，曲线上温度确定为  $A_{f-95}$ 。在低于  $-55^{\circ}\text{C}$  温度下开始测试时，需将样品在  $-55^{\circ}\text{C}$  的变形视为完全变形状态（即 0% 回复率）。在位移-温度曲线上，超过恒定斜率点对应温度值  $10^{\circ}\text{C}$  的位置，视为 100% 变形回复。”内容。

5) 8.4 章节删除了“每种状态材料测量得出 5 个结果，计算得出 5 次结果的算术平均值”内容，这部分表述是评价相变温度测量的精确度的，实际检测时不需要报送测量结果的算术平均值。并将“精确到整数位”修订为“修约到  $1^{\circ}\text{C}$ ”，这样修改更符合测试结果修约规则的表述。

相变温度测定章节引入  $A_{f-95}$  定义和参数能够减弱相变温度检测误差，更接近于真实的马氏体-奥氏体转变温度，对于统一评价方法、提高测量数值的精确度和重复性有帮助。

### 3.9 平行测试

将“取其算术平均值，精确到整数位”修订为“取其算术平均值，修约到  $1^{\circ}\text{C}$ ”，这样修改能更精确区分出检测结果算术平均值中间的差异，也符合测试结果修约规则的表述。

删除“每组 5 个测量结果的绝对误差应不大于  $5^{\circ}\text{C}$ 。”表述，测试结果的偏差与材料及测试条件等因素有关，无法限定绝对误差值。

删除“两组试样宜采用完全退火态和冷加工退火态或热加工热处理态的材料”表述，在第 6 章已明确测试样品的状态。

### 3.10 修订标准水平

修订标准水平对比表见下表 1：

表 1 修订标准水平对比表

标准号	术语	检测设备	相变温度确定方法	新增示意图例	示例图例修订
YS/T 970-2014	$A_f$	LVTD 系统、RVTD 系统	切线法	无回复百分率法示意图	切线法中位移随温度升高而降低
2022-0055T-Y S 修订标准	$A_f$ 、 $A_{f-95}$	LVTD 系统、RVTD 系统、视觉系统或可检测试样位移的等效仪器	切线法、回复百分率法	增加回复百分率法相变温度 $A_{f-95}$	切线法中位移随温度升高而升高
标准水平变化	提升	提升	提升	提升	物理意义更明晰

从表中可以看出修订后，在检测设备、相变温度确定方法等方面标准水平得到明显提升。