

# Application News

## No. P104

电子探针显微分析仪 EPMA-8050G

### 塑料材料的静态及高速拉伸试验中的力学特性评价与断面观察

近年来，基于塑料材料热特性和轻量性，使其从细小的齿轮到汽车、航空器等各种工业领域中得到广泛使用。在输送机机械中发生碰撞事故或者产品掉落等情况下，会产生动态变形，为了确保可靠性，除了以往实施的静态试验之外，还需要进行冲击试验。特别是构成塑料的高分子兼具粘性和弹性，表现出粘弹性特性，其力学特性与温度环境、时间、变形速度具有相关性<sup>1)</sup>。

另一方面，在发生损伤、破坏事故、老化现象等失效时，对其进行调查分析和采取对策是非常必要的。塑料的失效包括静态破坏、冲击破坏、疲劳破坏、蠕变破坏、环境导致的破坏、老化导致的破坏等各种类型，根据失效的类型，可以观察到具有特征性的断面<sup>2)</sup>。通过对断面进行观察分析，就可以确定失效的机制，提出应对失效的解决方案。

本次使用岛津精密万能试验机 AG-Xplus 和高速冲击试验机 HITSTM-TX 对亚克力树脂 (PMMA) 和聚丙烯 (PP) 的拉伸强度与速度相关性进行了评价。另外，使用岛津电子探针显微分析仪 EPMA™ (EPMA-8050G、以下简称 EPMA) 对在各条件下试验后的试样断面进行了观察。

T.Ono, F.Yano, K. Kawane

#### 速度依存性的评价系统

静态拉伸试验使用了精密万能试验机 AG-Xplus，高速拉伸试验使用了 HITS-TX。试验的情形如图 1 所示。另外，本次使用的试验装置如表 1 所示。对试验后的断面进行表面喷金处理，使用光学显微镜和 EPMA 进行了观察。EPMA 的外观如图 2 所示。

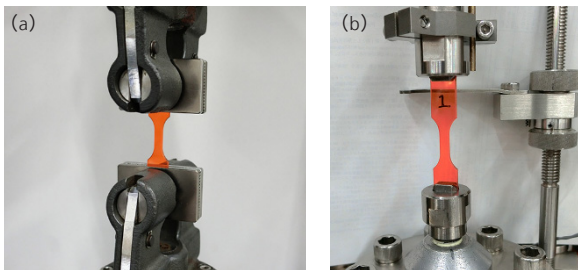


图 1 试验的情形  
(a) 静态拉伸试验的情形 (b) 高速拉伸试验的情形

表 1 试验装置

试验机	: AG-Xplus (静态拉伸试验) HIHITS-TX (高速拉伸试验)
称重传感器	: 10 kN
夹具	: 空气式平行紧固夹具 (静态拉伸试验) 平板夹具 (高速拉伸试验)



图 2 EPMA 的外观 (EPMA-8050G)

#### 试验结果

本次将 PMMA 和 PP 作为试验片进行了拉伸试验。在静态拉伸试验中，PMMA 的试验速度设定为 5 mm/min，PP 的试验速度设定为 1000mm/min。在高速拉伸试验中，二者的试验速度均设定为 10m/sec。在表 2 中对试验条件进行了汇总。

应力-行程曲线如图 3 所示，试验结果如表 3 所示。PMMA、PP 的拉伸强度都是高速拉伸试验大于静态拉伸试验。即，确认了上述塑料材料的拉伸强度具有速度相关性。

表 2 试验条件

试验速度	: 5 mm/min (PMMA 静态拉伸试验) 1000 mm/min (PP 静态拉伸试验) 10 m/sec (高速拉伸试验)
试片	: PMMA (宽: 5 mm、厚: 2mm) PP (宽: 3 mm、厚: 3 mm)

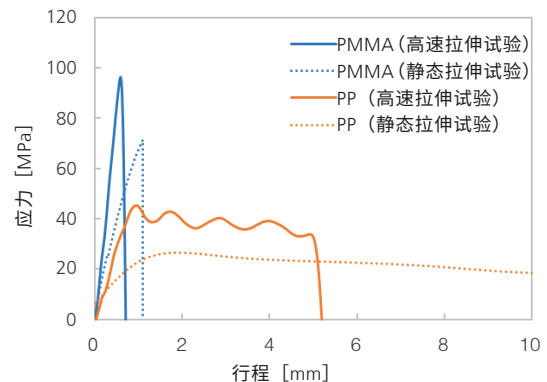


图 3 应力-行程曲线

表 3 试验结果

试片	拉伸强度 [MPa]
PMMA (高速拉伸试验)	96.2
PMMA (静态拉伸试验)	71.3
PP (高速拉伸试验)	45.5
PP (静态拉伸试验)	26.4

## ■ PMMA 的断面观察

对拉伸试验后的 PMMA 断面表面进行喷金处理，使用光学显微镜和 EPMA 进行了观察。PMMA 的静态拉伸试验形成的断面如图 4 所示，PMMA 的高速拉伸试验形成的断面如图 5 所示。其中，(a) 表示光学显微镜图像、(b) ~ (l) 表示 EPMA 的二次电子图像。

从静态拉伸试验的断面（图 4 (a)）来看，推测裂纹起源于左侧，并向右侧扩展。图 4 (a) 的左侧、中间和右侧的 EPMA 二次电子图像分别如图 4 (b) ~ (d) 所示。裂纹起源点的图 4 (b) 左端可见没有特征的平坦面，随着裂纹的扩展，如图 4 (e) 及其放大图 (i) 所示，可以观察到向扩展方向拉伸的抛物线花纹（拉伸韧窝）在扩展区域形成图 4 (f) 及其放大图 (j) 所示的等轴状抛物线花纹（等轴韧窝）。推测该抛物线花纹是在传播的主裂纹的前方由树脂中的杂质为核心而产生的子裂纹造成的<sup>3)</sup>。因为主裂纹扩展的加速，导致抛物线花纹的形状发生了变化。如图 4 (g) 及其放大图 (k) 所示，在断面中央附近也观察到了等轴状的抛物线花纹，从图 4 (c) 的宏观视野来看，与左侧相比，呈现出台阶更大的块状断面，因此，推断裂纹的扩展进一步加速。

另一方面，在高速拉伸试验的断面（图 5）中也和静态拉伸试验的断面一样，在断面左上部发现了推测为裂纹的起始点、向扩展方向拉伸的抛物线花纹（图 5 (e) 及其放大图 (i)）以及等轴状的抛物线花纹（图 5 (f) 及其放大图 (j)）。但是该范围比较狭窄，可以推测是在发生裂纹后立即出现了扩展的加速。在断面中央附近观察到了与静态拉伸试验一样的块状断面（图 5 (g)），同时观察到了等轴状的抛物线花纹（图 5 (k)）。

最后，在两个断面的最终断裂部位。二者均发现了比较平坦的抛物线花纹。在图 5 (h) 及其放大图 (l) 上也可以发现在向扩展方向拉伸的抛物线花纹，在最终断裂时与先前不同，存在裂纹扩展速度减速的可能性。

## ■ PP 的断面观察

和 PMMA 一样，对试验后的 PP 断面表面也进行了喷金处理，用光学显微镜和 EPMA 进行了观察。PP 的静态拉伸试验形成的断面如图 6 所示，高速拉伸试验形成的断面如图 7 所示。其中，(a) 表示光学显微镜图像、(b) ~ (l) 表示 EPMA 的二次电子图像。

同高速拉伸试验的断面相比，静态拉伸试验的断面面积比较小，可能是发生了伴有缩颈的塑性变形破坏。在图 6 (b) 的断面中心位置观察到了延性伸长的纤维状断面。将图 6 (b) 的左侧和中间附近放大的二次电子图像如图 6 (c) (d) 所示。从图 6 (d) 以及进一步放大的图 6 (e) ~ (h) 来看，可见树脂呈纤维状伸长的状态。另一方面，在对图 6 (c) 的断面外侧进行放大观察时，和图 6 (i) 一样，在断面上可以看到很多的缩孔，这可能是树脂中的薄弱部分（例如低分子）以及杂质为核心形成的微小空洞。在进一步放大的图 6 (j) ~ (l) 中还可以观察到树脂伸长的状态。

在进行高速拉伸试验时，断裂部位没有发生缩颈现象，在整个断面上发现了平坦、粗大的片状花纹。据此推测这是因为提高拉伸试验速度，产生了脆性破坏。断面中间位置的放大图像如图 7 (d)、(e) ~ (h) 所示，外侧放大图像如图 7 (c)、(i) ~ (l) 所示。中间和外侧的断面花纹未发现明显差异，断面整体可见很多的微小孔洞。另外，局部还可以看到树脂呈纤维状伸长的部位，推测在裂纹扩展过程中发生了微观塑性变形的破坏。

## ■ 总结

本次使用精密万能试验机 AG-Xplus 和高速冲击试验机 HITS-TX 测定了 PMMA 和 PP 的拉伸强度。通过加快试验速度，PMMA、PP 的拉伸强度也会上升，确认了拉伸强度具有速度相关性。通过使用电子探针显微分析仪 EPMA-8050G 对各断面进行了观察结果显示，各种塑料材料在静态拉伸试验、高速拉伸试验中均观察到了具有特征性的断面，表明可能存在可确定损伤原因的可能性。

使用岛津试验系统，可以更加准确地对安全性、可靠性评价以及产品的损伤根本原因解析提供帮助。虽然 EPMA 一般以微区的元素成分分析为主，但是通过使用 EPMA-8050G，即使是在塑料材料中也可以和 FE-SEM 一样进行极表面显微结构的高精细观察。

### 参考文献

- 1) 宫入裕夫、最新 材料的性能与评价技术 (2014)
- 2) 藤木荣、萩原利哉、塑料材料的破坏与断裂面查看方法 (2015)
- 3) 成泽 郁夫 监制、高分子材料的断口 (2011)

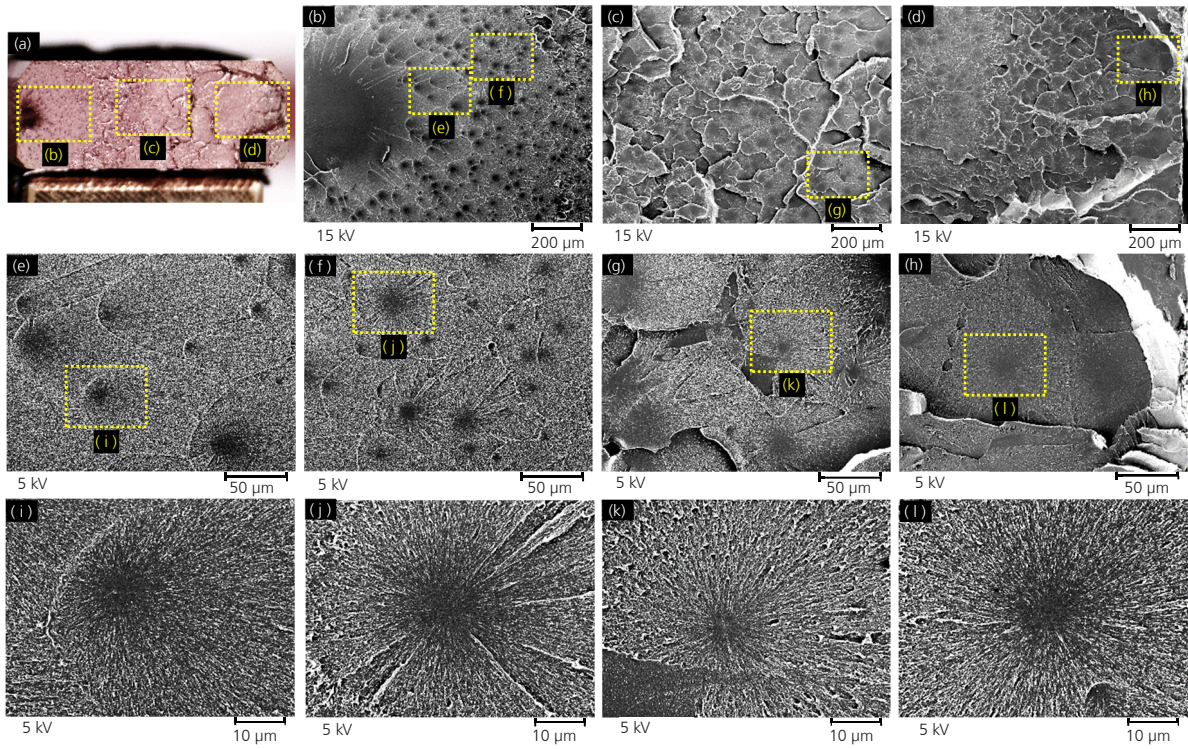


图 4 PMMA 的静态拉伸试验中的断面观察  
(a) 光学显微镜像 (b) ~ (l) 二次电子图像

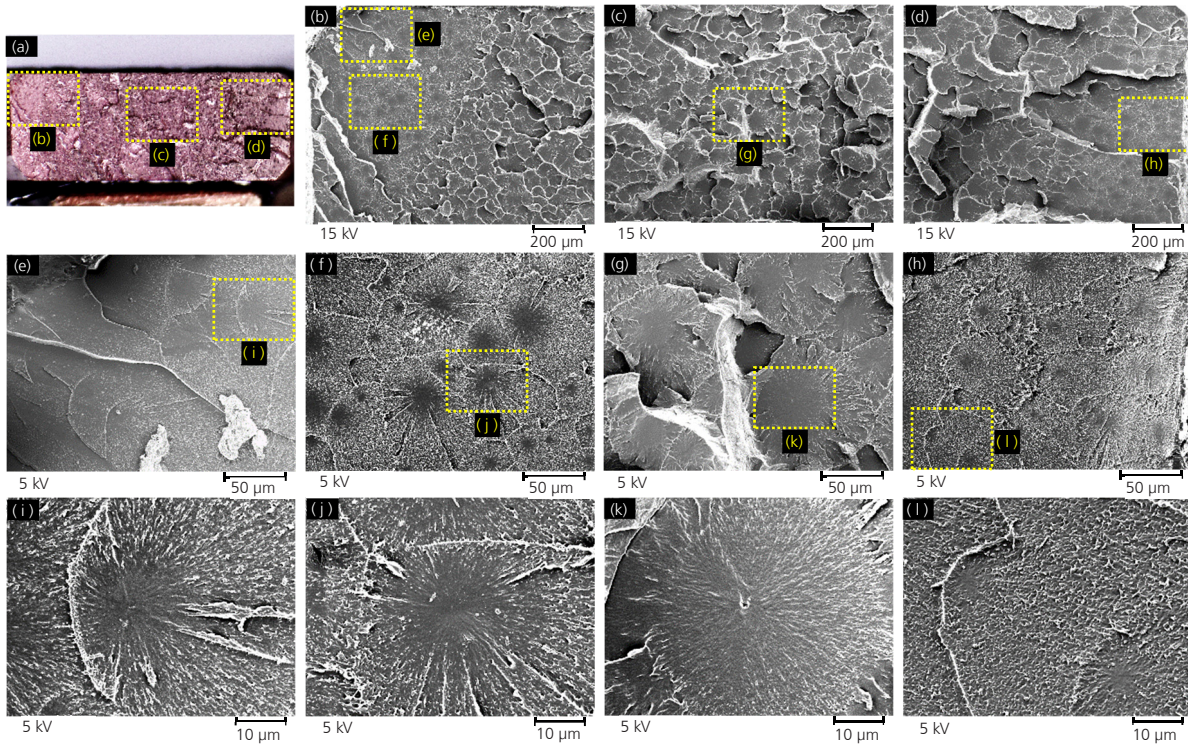


图 5 PMMA 的高速拉伸试验中的断面观察  
(a) 光学显微镜像 (b) ~ (l) 二次电子图像

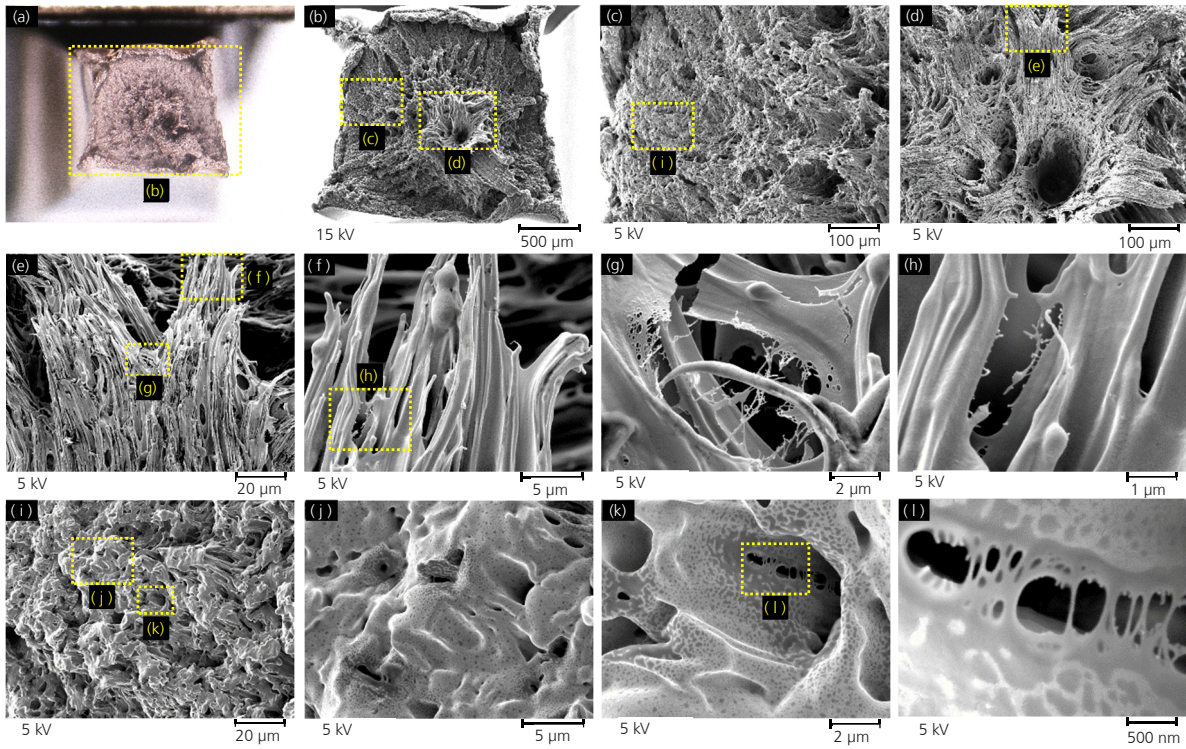


图 6 PP 的静态拉伸试验中的断面观察  
(a) 光学显微镜像 (b) ~ (l) 二次电子图像

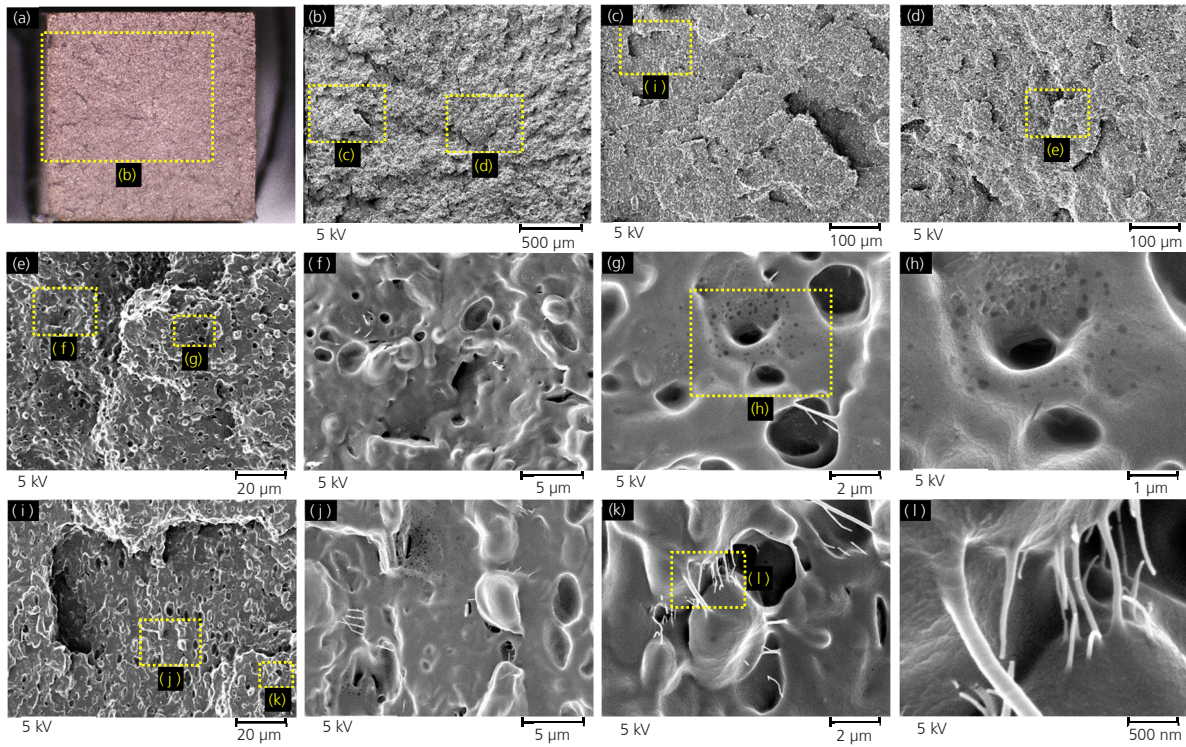


图 7 PP 的高速拉伸试验中的断面观察  
(a) 光学显微镜像 (b) ~ (l) 二次电子图像

HITS 及 EPMA 是岛津制作所株式会社的商标。



岛津企业管理（中国）有限公司  
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话： 800-810-0439  
400-650-0439

免责声明：

\* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；  
\* 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。  
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2018 年11月