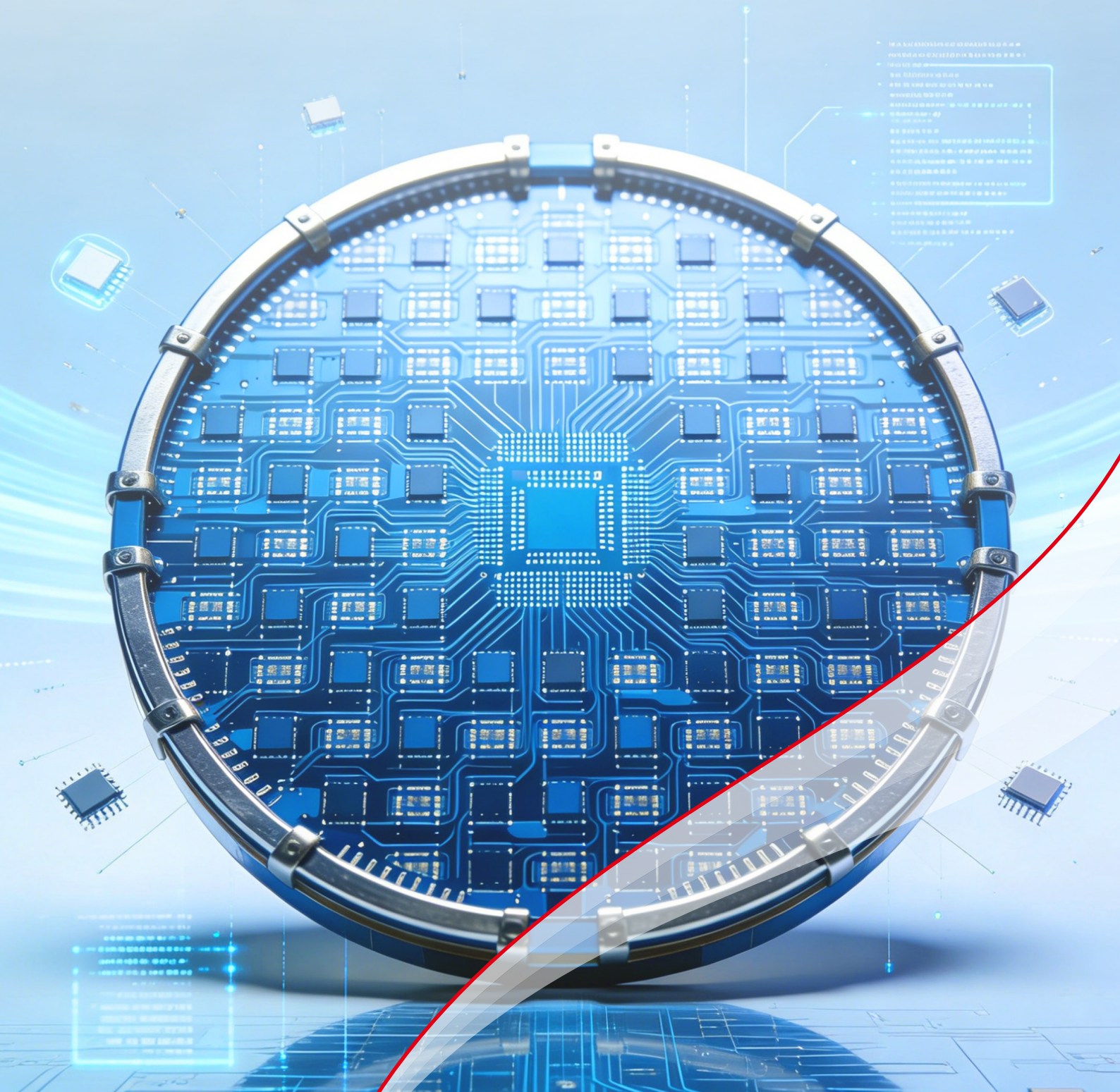


# MCT/DUH微尺度力学测试 应用文集



# 前言

在现代材料科学与工程技术的快速发展背景下，微尺度材料已成为新能源、生物医药、先进电子等高精尖领域的核心基础，其力学性能直接决定着产品的可靠性与创新高度。当研究对象的尺寸缩小至微米甚至纳米级别，传统的力学测试方法便显露出根本性的局限——无法精准捕捉微牛顿量级的作用力与亚微米级的形变响应，而试样制备的复杂性又进一步增加了测试难度。

为了深入探索微尺度材料的本质规律，岛津公司凭借在精密仪器领域的深厚技术积累，开发出了 MCT 微小压缩试验机与 DUH 动态超显微硬度计，为科研工作者和工业界提供了高精度、多功能、可扩展的解决方案。MCT 和 DUH 系列采用电磁驱动系统与高精度位移传感技术，实现了两个数量级的测量精度突破：MCT 支持 1961mN 和 4903 mN 两种载荷范围，其载荷精度达 0.1mN，位移检测精度高达 0.1nm；DUH 覆盖 0.1mN 至 1961mN 的试验力范围，其载荷精度达  $\pm 19.6\mu\text{N}$ ，位移检测精度高达 0.1nm (10 $\mu\text{m}$ )。这种技术突破不仅解决了微力测量的难题，更重新定义了微观力学表征的可能性边界。

MCT 微小压缩试验机的应用已拓展至多个前沿领域，成为微尺度力学研究的关键工具。例如，锂电池领域：MCT 通过测试正负极材料单颗粒的力学性能，揭示了其与电化学循环寿命的深层关联，为高寿命电极材料设计提供了量化依据。生物医药领域：微球制剂、纳米纤维支架等微尺度材料的机械性能（如弹性模量、破裂强度）直接影响药物释放动力学与组织相容性。MCT 设备可对单颗微球进行精准压缩测试，为优化载药系统提供关键参数支撑。该设备适用于多种领域中的微米级样品（如各类微小部件、粉末颗粒（正负极、陶瓷、金属、食品、药物微胶囊）、细胞团、微细纤维等）的抗压强度、压缩率及回复率评价。

DUH 动态超显微硬度仪则凭借其亚微米压痕技术，将应用研究延伸至更广泛的领域。例如，DLC 膜测评：DUH 克服了传统维氏硬度计的测量误差问题，为汽车工业耐磨涂层开发提供了可靠数据。芯片封装领域：该设备在评估晶圆保护膜的硬度及弹性模量方面发挥着重要作用。总体而言，DUH 凭借其高精度测量技术可精准评价金属材料、薄膜、镀层（如离子镀）、纤维、塑料、陶瓷、橡胶及弹性体等多种材料的硬度、弹性模量等关键力学特性。

未来，随着材料设计向更微观、更复杂的方向发展，岛津将持续优化 MCT/DUH 系列设备的功能，推动其在新能源材料、柔性电子、仿生材料、量子器件、生物医药、智能制造等领域的应用。本应用文集汇集了岛津 MCT/DUH 设备的典型研究案例与技术解析，既是对现有成果的总结，也是对未来探索的启航。期待与广大科研工作者携手，共同揭开微尺度世界的力学奥秘，助力材料科技迈向更高精度、更高性能的新纪元。

岛津企业管理（中国）有限公司  
分析中心

# 目 录

<b>第 1 章 MCT 微小压缩试验机简介 .....</b>	<b>3</b>
<b>第 2 章 DUH 动态超显微硬度计简介 .....</b>	<b>7</b>
<b>第 3 章 MCT 微小压缩试验机测试应用方案 .....</b>	<b>11</b>
三元锂电正极前驱体颗粒抗压强度测试 .....	12
单晶和多晶三元正极颗粒抗压强度测试 .....	16
硅碳材料颗粒 MCT 抗压强度测试 .....	20
细胞团压缩试验 .....	24
锂离子电池负极材料压缩试验 .....	29
MCT 对等离子显示屏背板肋条压缩测试 .....	32
室温和高温环境下的墨粉压缩试验 .....	35
中空玻璃球抗压强度测试 .....	38
导电镀镍聚合物微球抗压强度测试 .....	41
洁肤霜微粒压缩试验 .....	45
微小压缩试验机对制动摩擦材料的压缩试验 .....	48
<b>第 4 章 DUH 动态超显微硬度计测试应用方案 .....</b>	<b>50</b>
玻璃纤维单丝弹性模量测试 .....	51
可吸收性外科缝线硬度测试 .....	55
LCD 彩膜玻璃基板硬度及弹性模量测试 .....	59
塑料材料硬度测试 .....	64
氧化锆颗粒硬度测试 .....	68
功能膜的硬度测量 .....	71
DUH-211S 对维氏硬度标准块进行硬度测试 .....	76
DUH-211S 动态超显微硬度计对头发进行硬度测试 .....	79
机械铅笔芯的硬度测试 .....	82
使用 FTIR 和 DUH 评价紫外老化的塑料 .....	86
固态锂离子电池固态电解质力学性能评估 .....	90

# 第 1 章 MCT 微小压缩试验机简介

微米级颗粒因其独特的物理化学性质，在材料科学、生物医药、新能源、半导体制造及环境保护等领域应用日益广泛。在新能源领域，电极材料微颗粒的抗压性能直接影响电池容量与循环寿命；在制药与化妆品行业，颗粒粒径与力学特性关乎产品溶解度、吸收率及使用体验；在精密制造中，颗粒的均匀性与强度是保障产品质量的关键。随着 4D 打印、机器人自动化操控等前沿技术的发展，对微米级颗粒的精准输送与组装成为可能，进一步拓展了其应用边界。在此背景下，测试其力学性能，特别是单颗粒的压缩强度、压溃力与形变行为，具有重要意义。通过岛津 MCT 微小压缩试验系列，结合可视化技术，可精确获取颗粒的力学响应曲线，揭示其破坏机制与结构稳定性，为材料优化设计、工艺参数调整及产品质量控制提供科学依据，推动相关产业向更高精度、更高性能方向发展。

## 1. 设备概述

岛津 MCT (Micro Compression Testing Machine) 微小压缩试验机是一款专为评估微米至亚毫米尺度材料强度而设计的力学性能测试仪器，适用于微小部件、粉末颗粒（如金属、陶瓷、新能源电池正负极颗粒、聚合物微球等）、微细纤维（如碳纤维、复合材料）等材料的力学性能测试。其核心优势在于高精度微小位移测量和宽载荷范围，能够满足从纳米级到亚微米级的力学特性分析需求，填补了传统宏观试验机与纳米压痕仪之间的技术空白。



MCT 微小压缩试验机

## 2. 测试原理

将样品置于，通过电磁力以一定的增加比例施加试验力。此时自动测量样品的变形量。测试力可以设定为 9.8~4903mN 或 1961mN，变形量的测量可以在 0.001 $\mu\text{m}$  或 0.0001 $\mu\text{m}$  的分辨率下测量到 100 $\mu\text{m}$  或 10 $\mu\text{m}$ 。测量和记录样品变形过程中的压力和变形量。由此可动态测量微粉的变形特性，并可获得各种信息。此外，还可通过显微镜测量样品的大小，以便评估大小不一致的样品。

## 3. 核心技术参数

### (1) 微小压缩位移测量

- 高范围模式：测量范围高达 100 $\mu\text{m}$ ，分辨率为 0.001 $\mu\text{m}$ 。
- 高精度模式：测量范围高达 10 $\mu\text{m}$ ，分辨率为 0.0001 $\mu\text{m}$ （适合纳米级变形分析）。
- 定位精度：通过移动平台和千分尺（光学头）实现试样定位，精度可达 $\pm 5\ \mu\text{m}$ （仔细操作下可达到 $\pm 0.2\ \mu\text{m}$ ）。

### (2) 宽载荷范围（两种试验力配置）

- 高载荷型：9.8mN~4903mN（适合较大载荷需求）。
- 高分辨率型：9.8~1961 mN（适合微小颗粒或高灵敏度测试）。
- 载荷精度：显示试验应力的 $\pm 1\%$ 或 0.1 mN（以较大者为准）以内。

### (3) 试样尺寸测量

- PC 图像测量：彩色或单色摄像头捕捉俯视图象，支持长度测量并保存数字图像。
- 侧面观察 CCD：实时显示压缩过程中的试样形变图像，提供原位分析过程。

### (4) 高温测试和电阻测试能力

- 高温测试：可在 50 $^{\circ}\text{C}$  至 250 $^{\circ}\text{C}$  的温度条件下进行试验，模拟实际工况（如锂电池材料热稳定性测试）。
- 电阻测试：可获取导电微小颗粒的连接阻力与抗压强度及压缩回复率之间的相关性。

## 4. 核心特点

### (1) 多模式测试

- 压缩试验：测定试样破裂时的抗压强度，或指定形变下的强度。
- 加载-卸载试验：测试材料的回弹性能（如压缩率及回复率）。
- 循环试验：可反复加载-卸载 250 次，评估材料循环后的压缩率、回复率。

### (2) 用户友好设计

- 操作便捷：通过千分尺快速定位试样，垂直平台手柄实现平稳移动。

### (3) 软件与数据处理

- 实时绘图：自动绘制生成“试验力-位移”曲线。
- 数据处理：显示试验结果（试验力、位移和强度等）以及平均值和试验参数；叠加试验力-位移曲线、强度-颗粒直径曲线、位移-时间曲线；检测和变更表面探测点和破裂点等。

## 5. 应用领域

### (1) 能源领域

- 电池材料：锂离子电池的正负极材料（如磷酸铁锂、石墨）通常是微米级颗粒。其尺寸、形貌和机械强度直接决定电池的能量密度、功率密度和循环寿命。
- 催化剂：许多催化剂以微米或纳米颗粒的形式负载在多孔载体上，用于石油化工、废气处理等，巨大的比表面积提供了丰富的活性位点。

### (2) 药物递送与生物医学

- 药物载体：将药物包裹在聚合物或脂质微球中，可以实现药物的靶向输送、控制释放（缓释），提高药效并降低副作用。例如，用于化疗的微球。
- 生物检测：用荧光或磁性微球标记生物分子（如抗体、DNA），用于高通量的疾病诊断、免疫分析（如流式细胞术）。

### (3) 先进材料与添加剂

- 复合材料增强：在金属、陶瓷或高分子基体中添加微米/纳米颗粒（如碳化硅、氧化铝），可以显著提高复合材料的强度、硬度、耐磨性和热稳定性。
- 3D 打印：选择性激光烧结（SLS）等 3D 打印技术使用聚合物或金属微粉作为原材料，颗粒的形貌和流动性对打印精度和产品性能至关重要。
- 涂料与颜料：提供颜色、光泽、防腐、耐磨等特性。颗粒的硬度影响涂层的耐刮擦性。

### (4) 电子与半导体工业

- 电子浆料：导电银浆、介电浆料等由微米级金属或陶瓷颗粒构成，用于印制电路、太阳能电池电极等。
- 化学机械抛光（CMP）：使用含有微米/纳米级磨料颗粒（如二氧化硅、氧化铈）的浆料对晶圆表面进行超精密平坦化加工，是芯片制造的关键步骤。

### (5) 日常消费品

- 食品工业：调味料、奶粉、速溶咖啡等都是微米级颗粒，其流动性和溶解性直接影响用户体验。
- 化妆品：防晒霜中的二氧化钛/氧化锌颗粒、粉底中的色素颗粒等，其尺寸和硬度影响肤感和效果。

## 5. 测试粉末单颗粒压缩性能的意义

### (1) 揭示本征力学性质，摆脱“集体效应”干扰

- 传统测试方法（如粉末压溃强度测试）测量的是大量颗粒集合体的宏观平均性能，其结果受颗粒间相互作用、孔隙率、分布均匀性等多种因素影响，无法反映单个颗粒的真实力学行为。
- 单颗粒测试直接对单个颗粒施加载荷，能够精确测量其弹性模量、屈服强度、破碎强度、断裂韧性等本征力学参数，为材料设计和优化提供最直接、最可靠的数据基础。

### (2) 建立“微观结构-力学性能”的构效关系

- 通过对比不同制备工艺（如烧结温度、合成方法）得到的颗粒的力学性能，可以逆向指

导工艺优化。例如，发现某烧结温度下的电池材料颗粒更容易破裂，就可以调整工艺以增强其韧性。

(3) 服务于产品性能预测与可靠性评估(如下代表案例)

- 电池：充放电过程中，电极活性颗粒会反复膨胀收缩，若其强度不足发生破裂，会导致活性物质脱落、产生新的固液界面，加速容量衰减和内阻增加。了解单颗粒的断裂强度和疲劳特性对设计长寿命电池至关重要。
- 催化剂：在反应器中的流动和碰撞可能导致催化剂颗粒破碎，增加压降并失活。其抗压强度是衡量其使用寿命的关键指标。
- 药片：在压片或运输过程中，药物颗粒需要承受压力而不被破坏，以保证剂量准确和药效稳定。

(4) 开发新材料与新应用

- 对新型材料（如 MOFs、新型陶瓷）的微米颗粒进行力学测试，可以评估其在实际应用中的机械稳定性，判断其应用潜力。
- 在微机电系统（MEMS）、药物新剂型等前沿领域，单个微元件的力学性能直接决定整个设备的性能。

## 6. 总结

微米级颗粒是连接宏观世界与微观世界的核心单元，广泛应用于高科技和工业领域。而测试其单颗粒压缩性能，是从最基础的层面理解、预测、优化和设计材料性能的关键手段。它使我们能够摆脱宏观测量的模糊性，直接洞察材料的本质力学行为，从而为提升产品性能、可靠性和推动技术创新提供不可或缺的科学依据。

依据材料单颗粒样品的测试需求，岛津 MCT 微小压缩试验机以其载荷高精度、运行高稳定性可以非常好地针对各种微小部件、正负极粉末颗粒、陶瓷颗粒、细金属粉末、树脂、食物源粉末、药物（微胶囊）等微小粒子以及新材料中所用的微细纤维进行强度评价。

## 第 2 章 DUH 动态超显微硬度计简介

随着材料科学研究不断向微观领域深入，对微小区域、薄膜及软质材料进行精确力学性能表征的需求日益迫切。传统硬度测试方法受限于测试尺度、灵敏度及无法测量弹性模量等固有局限，难以满足现代科技发展对纳米级力学信息的需求。在此背景下，岛津 DUH 动态超显微硬度计应运而生，成为微纳米力学测试领域的关键工具。该仪器通过电磁驱动式压头和超高分辨率传感器，实现了在毫牛至微牛量级载荷下对载荷-位移曲线的精确采集，基于动态压入原理可同时获得材料的硬度、弹性模量、蠕变特性等多维度力学参数，无需依赖压痕的光学测量。其卓越的空间分辨率和力学灵敏度，使研究人员能够突破传统测试方法的限制，准确表征薄膜涂层、生物组织、高分子材料、微电子元件等各类材料的微观力学行为，为材料设计、工艺优化及产品可靠性评价提供了不可或缺的技术支撑，极大地推动了材料科学研究从宏观向微观尺度的跨越。



DUH 动态超显微硬度计

### 1. 设备概述

岛津 DUH (Dynamic Ultra Micro Hardness Testers) 系列动态超显微硬度计是用于精密测量材料微小区域或极薄表面层力学性能的仪器。它能够在极低载荷下，通过动态压入测试，同时获取材料的硬度和弹性模量等多种力学参数，特别适合传统硬度计难以测试的薄、小、软

或脆性材料。

## 2. 测试原理

岛津 DUH 动态超显微硬度计采用电磁力加载方式，将玻氏 115°正三角锥压头压入样品。在压入过程中，仪器会连续、高精度地同步监测施加的载荷（P）和压入的深度（h），从而得到一条载荷-位移曲线（P-h 曲线）。通过对这条曲线，特别是卸载部分的分析，并依据接触力学模型（如 Oliver-Pharr 法）及相关标准（如 ISO 14577），即可计算出材料的马氏硬度（HM）、压痕硬度（Hit）、弹性模量（Eit）等一系列力学参数。仪器还集成光学显微镜，用于观察测试后留下的压痕。

## 3. 核心技术参数

### (1) 微小压缩位移测量

- 高精度模式：测量范围 10 $\mu\text{m}$ ，分辨率为 0.0001 $\mu\text{m}$ 。
- 定位精度：通过移动平台和千分尺（光学头）实现试样定位，精度可达 $\pm 5\ \mu\text{m}$ （仔细操作下可达到 $\pm 0.2\ \mu\text{m}$ ）。

### (2) 宽载荷范围（两种试验力配置）

- 高分辨率型：0.1~1961 mN
- 载荷精度：显示试验应力的 $\pm 1\%$ 或 $\pm 19.6\ \mu\text{N}$ （以较大者为准）。

## 4. 核心特点

### (1) 多模式测试（DUH-211S-7 种测试模式）

- 压痕测试：在此测试模式下，将测试力增加到预设值，然后保持该测试力一段指定的时间。根据测试力和压痕深度确定动态马氏硬度。
- 加载-卸载试验：在这种测试模式下，将测试力提升至预设值，然后保持该测试力一段时间。保持结束后，开始卸载试验力过程。这种测试模式旨在评估样品的弹性变形和塑性变形情况。可以计算测试样品的马氏硬度（HM）、压痕硬度（Hit）、弹性模量（Eit）、压痕蠕变（Cit）、压入功等力学参量。
- 循环试验：可反复加载-卸载 250 次，评估材料循环后的力学参量。
- 预设压入深度试验：在这种测试模式下，压头会压入样品预先设定的压入深度。在这种测试模式下，根据设定的压痕深度来进行硬度评估。
- 预设压入深度加载-卸载试验：在这种测试模式下，压头会压入样品预先设定的压入深度。该试验模式可以计算测试样品的马氏硬度（HM）、压痕硬度（Hit）、弹性模量（Eit）、压痕蠕变（Cit）、压入功等力学参量。
- 阶梯加载试验：在该测试模式下，会逐步将测试力提升至最大值。在将测试力提升至根据预设的最大力值和步数计算得出的数值之后，会保持该测试力直至预设的保持时间，然后重复此步骤预设的次数。
- 阶梯加载-卸载试验：在该测试模式下，会逐步将测试力提升至预设值（最大力），并执行“加载-持续保持-卸载-持续保持”测试，其中每一步的最大力值是根据预设的测试力

(最大力)以及步骤数(最大测试力/步骤数)计算得出的。该试验模式可以计算测试样品的马氏硬度(HM)、压痕硬度(Hit)、弹性模量(Eit)、压痕蠕变(Cit)、压入功等力学参量。

(2) 软件与数据处理

- 实时绘图：自动绘制生成“试验力-压入深度”曲线。
- 数据处理：多种数据处理分析界面。

## 5. 应用领域及测试意义

(1) 薄膜与镀层领域：评估表面改性效果与服役可靠性

- 通过测量不同镀膜/涂层工艺(如PVD、CVD、电镀)后样品的硬度和模量,为选择最佳工艺提供定量数据支撑,告别“凭经验”的时代。
- 预测使用寿命:薄膜的硬度直接关联其耐磨性和抗刮擦能力;硬度与模量的比值(H/E)是评价涂层韧性和耐磨损潜力的关键指标。通过测试可以预测工具涂层、保护膜等在实际使用中的寿命。
- 分析界面结合性:若涂层与基底的弹性模量不匹配,在受力时易产生裂纹或剥落。DUH的测试数据是分析界面应力、优化设计的直接依据。

(2) 半导体与微电子领域：保障微小结构的完整性

- 质量控制与失效分析:半导体器件中的薄膜、钝化层、微小的焊点等,其力学性能直接影响电性能可靠性和封装成功率。DUH可以定位测量这些微观结构,查找脆性断裂、界面脱层等失效根源。

(3) 金属材料领域：从宏观到微观的性能解码

- 揭示微观机理:传统硬度计只能给出一个宏观平均值,而DUH可以分别测量合金中不同的相(如基体相、强化析出相)的硬度,从而揭示材料的强化机制。
- 评估工艺影响:对于经过热处理、渗氮、喷丸等表面处理的零件,DUH可以绘制从表面到心部的硬度梯度曲线,精确评估强化层的深度和有效性,这是优化工艺参数的关键。

(4) 高分子材料(塑料、橡胶、弹性体)领域：精准表征软物质力学行为

- 超越传统硬度:对于软质、高弹性的材料,传统硬度计(如邵氏硬度)分辨率低且受人为影响大。DUH提供精确、定量的模量和硬度值,能灵敏地区分不同配方或老化程度材料的性能差异。
- 研究黏弹性:通过分析加载-卸载曲线,可以进一步研究塑料、橡胶的蠕变、应力松弛等时间相关的力学行为,对材料设计和产品可靠性评估至关重要。

(5) 纤维与复合材料领域：实现单丝性能的精准测量

- 指导材料设计:碳纤维、玻璃纤维、光纤维的性能直接决定复合材料的整体表现。DUH可以对单根纤维(直径可达微米级)进行测试,获取其真实的弹性模量和硬度,为研发更高性能的纤维提供指导。
- 评估界面性能:通过测试纤维及其表面涂层的性能,可以评估纤维与树脂基体的界面结合情况,这对复合材料的强度和韧性至关重要。

(6) 脆性材料(陶瓷、玻璃)领域：在微小尺度上安全评估

- 避免灾难性破坏：传统维氏硬度测试脆性材料容易产生巨大裂纹。DUH 使用超低载荷，可以产生微小到难以观察的压痕，在不引起材料宏观碎裂的情况下，安全地获取其真实硬度和模量。
- 评估断裂韧性：通过分析压痕周围产生的微小裂纹（如果存在），可以计算材料的断裂韧性，这是评价脆性材料可靠性的核心参数之一。

## 6. 总结

岛津 DUH 动态超显微硬度计作为连接材料微观性能与宏观表现的桥梁，其测试意义在于实现了对微小区域、超薄涂层及异形样品力学性能的精准“体检”。在半导体与微电子领域，它保障了微小结构的完整性；对于薄膜与镀层，它能够评估表面改性效果与服役可靠性；在金属材料领域，它可精确分析渗氮层等表面改性层的硬度梯度；而对高分子、纤维及脆性材料，它则能安全、准确地表征其软物质力学行为或脆性特征。该仪器通过一次性动态测试同时获取硬度与弹性模量等关键参数，为各领域的材料研发、工艺优化及失效分析提供了不可或缺的定量依据，最终助力提升产品性能与可靠性。



SHIMADZU  
Excellence in Science

### 第 3 章 MCT 微小压缩试验机测试应用方案

# ECO POWER



# 三元锂电正极前驱体颗粒抗压强度测试

**摘要：**本文介绍了参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用配有侧向观察记录试验过程装置的岛津MCT-211微小压缩试验机，对三元锂电正极前驱体颗粒进行抗压强度测试。试验结果表明，MCT-211微小压缩试验机以其载荷高精度、运行高稳定性可以对微米级三元锂电正极前驱体颗粒进行抗压强度评价，具有丰富功能的分析软件可以清晰直观查看对比不同数据点的特性。

**关键词：**MCT-211 三元锂电正极前驱体 抗压强度

锂离子电池由于具有无记忆效应、能量密度高、环境友好等优点，已成为便携式电子产品、储能系统、新能源汽车等领域的主要电源。

锂电池材料分为正极材料、负极材料、隔膜、电解液等。正极材料是锂离子电池的重要组成部分之一，占锂电池生产成本的1/3以上，其性能直接决定了锂电池的优劣，在锂离子电池中占有重要地位。正极材料是生产锂电池的关键材料之一，常见的正极材料有磷酸铁锂和三元正极材料。三元正极材料能量密度高，循环寿命长，成为新能源汽车企业的主要选择。用于制备三元正极材料的一种中间体是三元前驱体，由于正极材料的最终性能会继承其前驱体的形貌结构特点，因此前驱体的品质直接决定了正极烧结产物的理化指标，是三元正极材料制备的关键原材料。三元前驱体颗粒的形状、粒径、粒度比、外观、振动密度、比表面积、杂质含量、抗压强度等直接决定了正极材料的质量和性能。可以说，三元正极材料的主要技术含量在前驱体工艺，而评价三元锂电正极前驱体颗粒的抗压强度对产品应用有很大意义。

本研究中，参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用岛津MCT-211微小压缩试验机对微米级三元锂电正极前驱体颗粒进行抗压强度测试。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-211 微小压缩试验机。

### 1.2 分析条件

试验类型：压缩试验

试验力范围：0.1~1961mN

试验力精度：显示值的±1%

位移测量范围：0~10μm

位移测量精度：0.0001μm

显微镜放大倍率：X500（X50倍物镜）

### 1.3 样品信息

三元正极前驱体粉末单颗粒样品的粒径约为 14μm。

## 2. 试验介绍

### 2.1 仪器参数

本文根据《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》标准进行测试。该标准规定了粉末抗压强度的测试方法，适用于可压溃的球形、类球形或不规则粉末抗压强度的测定。图1为带有侧向观测装置的MCT-211微小压缩试验机和压缩测试示意图，图2为颗粒抗压强度测试方法原理图，表1为颗粒抗压强度测试条件。

此外，粉末颗粒抗压强度计算公式如下：

$$P_{cs} = a \times 1000 \times \frac{F_{yk}}{\pi \times d^2}$$

$P_{cs}$ : 抗压强度, 单位为MPa;

$a$ : 计算系数, 取值为2.48;

$F_{yk}$ : 压溃力, 单位为mN;

$d$ : 颗粒粒径, 单位为 $\mu\text{m}$ , 通过显微镜测长装置测得。

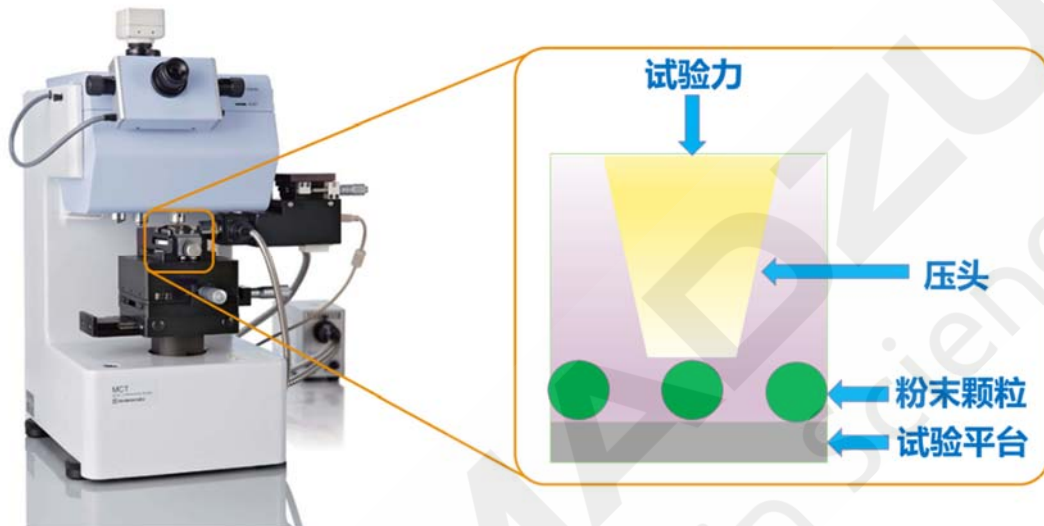


图1. MCT-211微小压缩试验机和压缩测试示意图

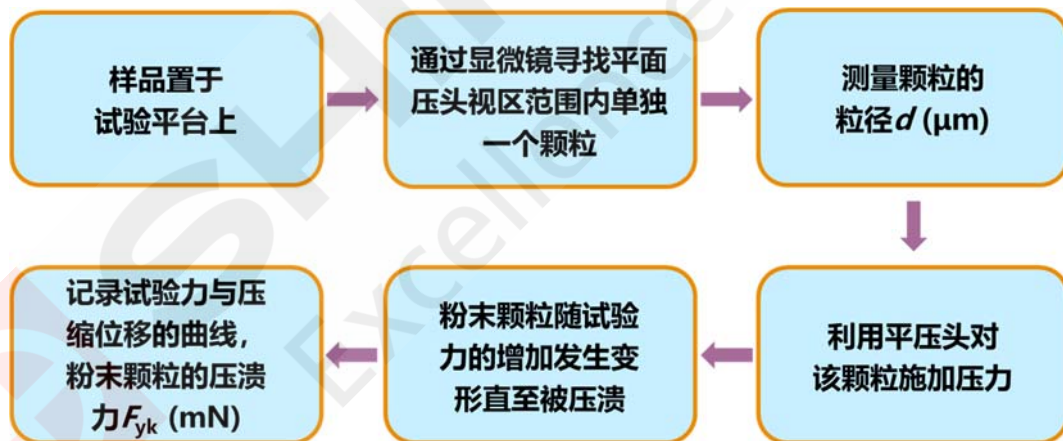


图2. 测试方法原理图

表1. 测试条件

参数	参数设定
仪器	MCT-211
试验模式	压缩试验
压头	金刚石平压头, 直径20 $\mu\text{m}$
最大试验力 (mN)	25
加载速率 (mN/s)	1.9034
保持时间 (s)	0

### 3. 试验结果

图 3 为通过显微镜观测的颗粒压缩前后图像，正向 CCD 观测和侧向 CCD 观测分别为 500X 和 100X 放大采集的颗粒压缩前后的图像，侧向 CCD 观测装置可以清晰直观记录压缩试验全过程。图 4 为试验力-压缩位移曲线图，曲线的平台拐点为颗粒被压溃时的试验力  $F_{yk}$ 。表 2 为颗粒抗压强度试验结果。

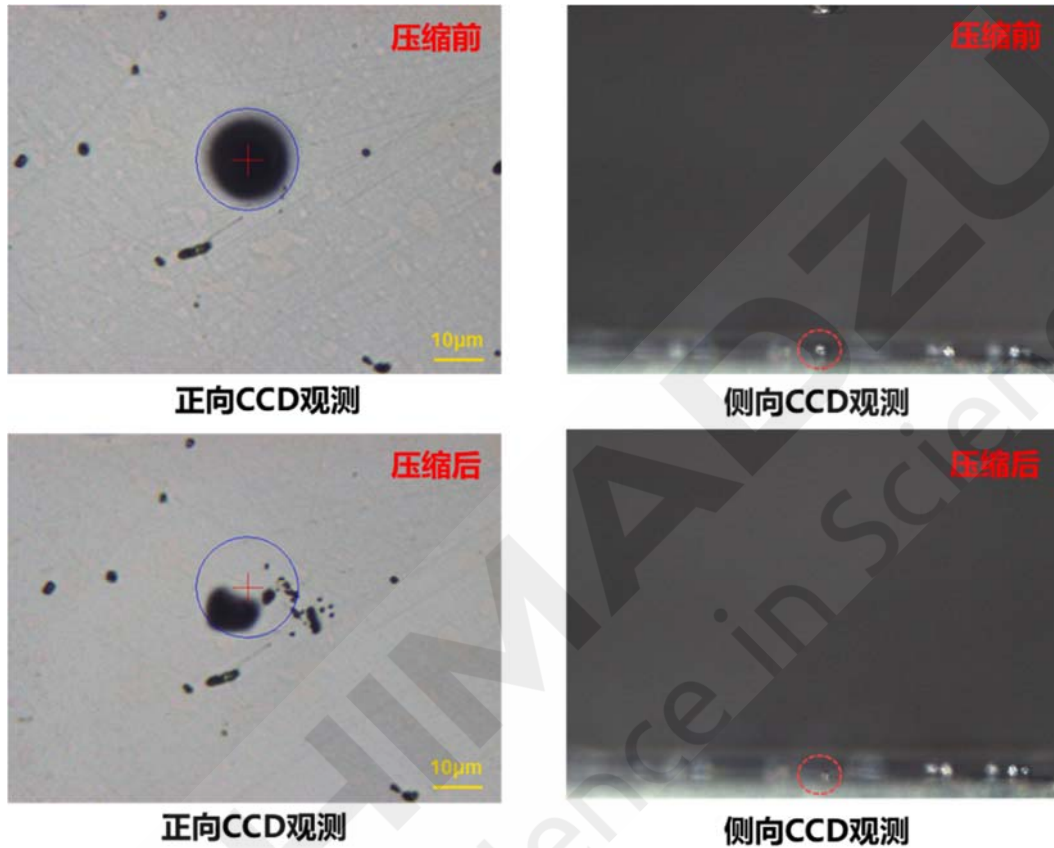


图 3. 颗粒压缩前后的图像

表 2. 试验结果

序号	压溃力 $F_{yk}$ (mN)	粒径 $d$ ( $\mu\text{m}$ )	抗压强度 $P_{cs}$ (MPa)
1	6.82	14.560	25.406
2	7.08	14.190	27.749
3	6.96	14.335	26.741
4	7.13	14.560	26.533
5	7.47	14.850	26.742
6	7.22	14.780	26.079
7	7.33	14.630	27.053
平均值	7.14	14.588	26.615
相对标准偏差 (%)	3.075	1.598	2.772

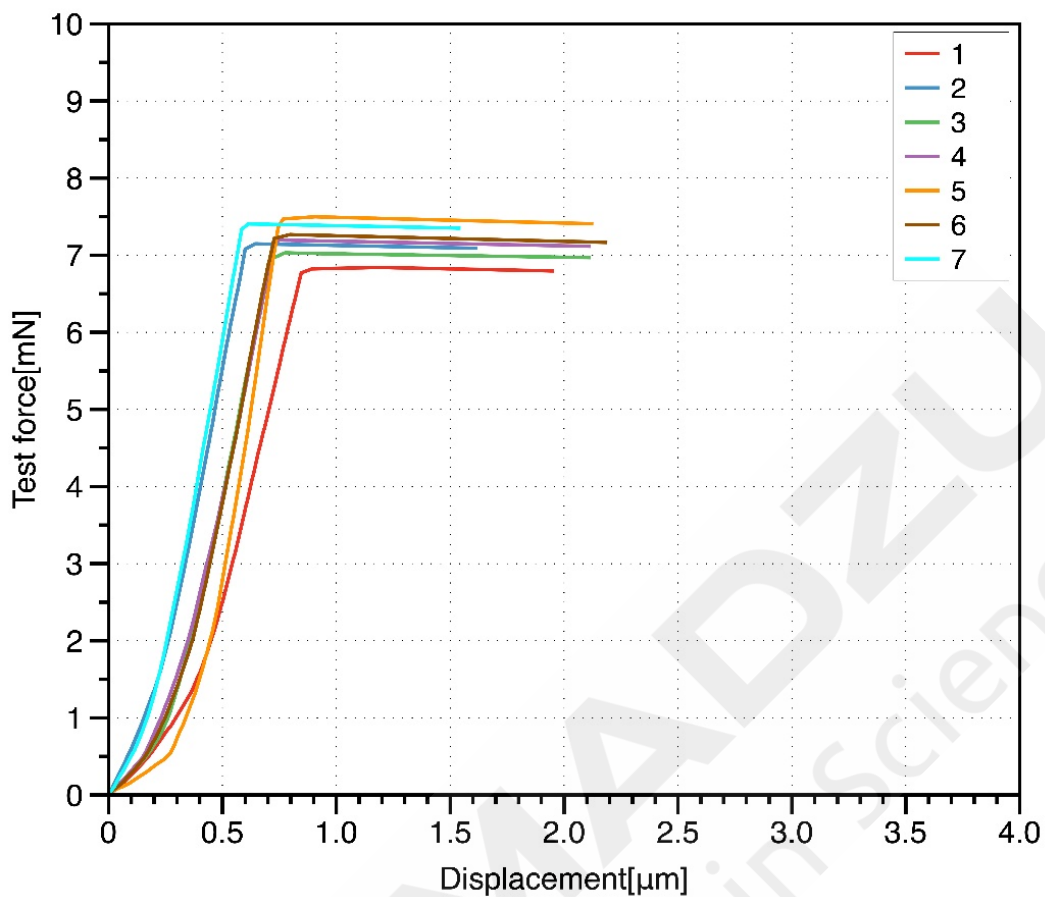


图 4. 试验力-压缩位移曲线图

#### 4. 结论

综上所述，参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用配有侧向观察记录试验过程装置的岛津 MCT-211 微小压缩试验机可以轻松对三元锂电正极前驱体颗粒进行抗压强度测试。测试过程友好便捷，试验数据稳定，丰富的软件分析功能可以轻松查看多种曲线图，从而更直观对比不同数据点之间的特性，侧向 CCD 可实时观测和记录压缩试验全过程。总之，岛津 MCT-211 微小压缩试验机可以非常好地对微米尺度的正负极颗粒进行强度评价，为不断提高锂电能量密度研究提供更好地助力。

# 单晶和多晶三元正极颗粒抗压强度测试

**摘要：**本文介绍了参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用配有侧向观察记录试验过程装置的岛津MCT-211微小压缩试验机，对单晶和多晶三元正极颗粒进行抗压强度测试。试验结果表明，MCT-211微小压缩试验机以其载荷高精度、运行高稳定性可以对微米级单晶和多晶三元正极颗粒进行抗压强度评价，具有丰富功能的分析软件可以清晰直观查看对比不同数据点的特性。

**关键词：**MCT-211 单晶和多晶三元正极 抗压强度

锂离子电池由于具有无记忆效应、能量密度高、环境友好等优点，已成为便携式电子产品、储能系统、新能源汽车等领域的主要电源。

锂电池材料分为正极材料、负极材料、隔膜、电解液等。正极材料是锂离子电池的重要组成部分之一，占锂电池生产成本的1/3以上，其性能直接决定了锂电池的优劣，在锂离子电池中占有重要地位。正极材料是生产锂电池的关键材料之一，常见的正极材料有磷酸铁锂和三元正极材料。三元正极材料能量密度高，循环寿命长，成为新能源汽车企业的主要选择。对于锂离子电池而言，容量和能量密度主要受正极材料的化学成分和晶体结构的影响。晶体结构可分为单晶和多晶。目前商品化的高镍三元正极材料主要为多晶材料，由纳米级一次颗粒团聚而成。单晶高镍三元材料合成方法大致可以分为两类，一类是直接合成，另一类是由二次颗粒间接合成单晶。间接合成法通常使用化学或物理方法将多晶前驱体或正极破碎成单晶材料。单晶和多晶在压实倍率、循环稳定性、热稳定性、成本等方面具有不同差异。其中，评价单晶和多晶三元正极颗粒的抗压强度对开发高性能三元材料有很大的应用意义。

本研究中，参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用岛津MCT-211微小压缩试验机对微米级单晶和多晶三元正极颗粒进行抗压强度测试。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-211 微小压缩试验机。

### 1.2 分析条件

试验类型：压缩试验

试验力范围：0.1~1961mN

试验力精度：显示值的±1%

位移测量范围：0~10μm

位移测量精度：0.0001μm

显微镜放大倍率：X500（X50倍物镜）

### 1.3 样品信息

单晶和多晶三元正极粉末单颗粒样品的粒径约为 7μm 和 9μm。

## 2. 试验介绍

### 2.1 仪器参数

本文根据《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》标准进行测试。该标准规定了粉末抗压强度的测试方法，适用于可压溃的球形、类球形或不规则粉末抗压强度的测定。图1为带有侧向观测装置的MCT-211微小压缩试验机和压缩测试示意图，图2为颗粒抗压强度测试方法原理图，表1为颗粒抗压强度测试条件。

此外，粉末颗粒抗压强度计算公式如下：

$$P_{CS} = a \times 1000 \times \frac{F_{yk}}{\pi \times d^2}$$

$P_{CS}$ ：抗压强度，单位为MPa；

$a$ ：计算系数，取值为2.48；

$F_{yk}$ ：压溃力，单位为mN；

$d$ ：颗粒粒径，单位为 $\mu\text{m}$ ，通过显微镜测长装置测得。

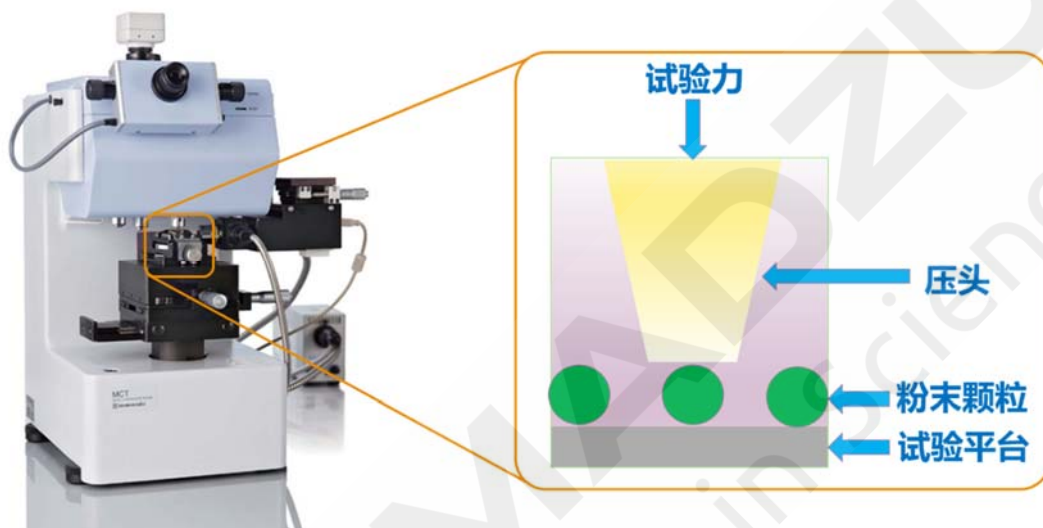


图1. MCT-211微小压缩试验机和压缩测试示意图



图2. 测试方法原理图

表1. 测试条件

参数	参数设定
仪器	MCT-211
试验模式	压缩试验
压头	金刚石平压头，直径20 $\mu\text{m}$
最大试验力 (mN)	25
加载速率 (mN/s)	1.9034
保持时间 (s)	0

### 3. 试验结果

图 3 为通过显微镜正向 CCD-500X 放大倍率采集的单晶、多晶颗粒压缩前后的图像，多晶颗粒相较于单晶颗粒具有更高的球形度。图 4 为单晶、多晶颗粒试验力-压缩位移曲线图，曲线的平台拐点为颗粒被压溃时的试验力，多晶颗粒相较于单晶颗粒具有更高的抗压强度，数据分散性也更小。表 2 为单晶、多晶颗粒抗压强度试验结果。

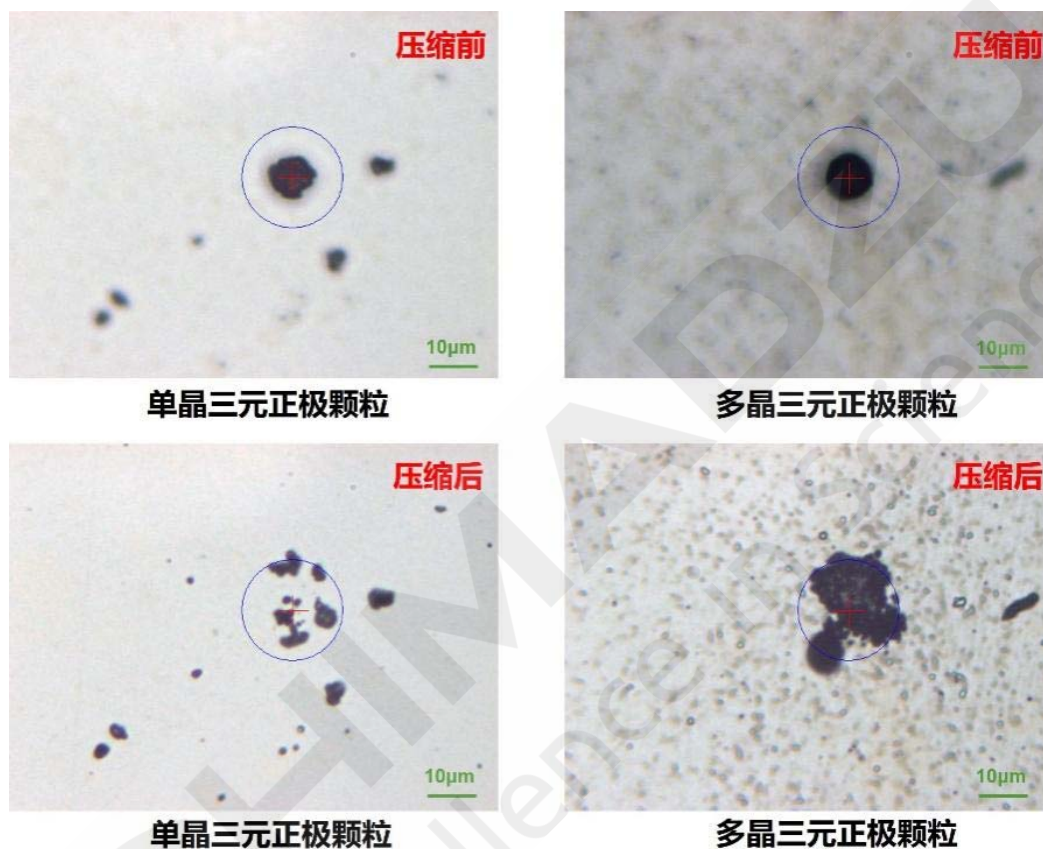


图 3. 单晶、多晶颗粒压缩前后图

表 2. 试验结果

单晶	压溃力 $F_{yk}$ (mN)	粒径 $d$ ( $\mu\text{m}$ )	抗压强度 $P_{cs}$ (MPa)	多晶	压溃力 $F_{yk}$ (mN)	粒径 $d$ ( $\mu\text{m}$ )	抗压强度 $P_{cs}$ (MPa)
1	3.92	6.320	77.536	1	14.08	9.190	131.562
2	3.26	5.885	74.317	2	15.98	9.485	140.213
3	7.18	8.305	82.227	3	16.41	9.705	137.552
4	6.42	6.690	113.317	4	14.40	8.750	148.462
5	4.00	7.430	57.177	5	13.81	8.970	135.540
平均值	4.96	6.926	80.915	平均值	14.94	9.220	138.666

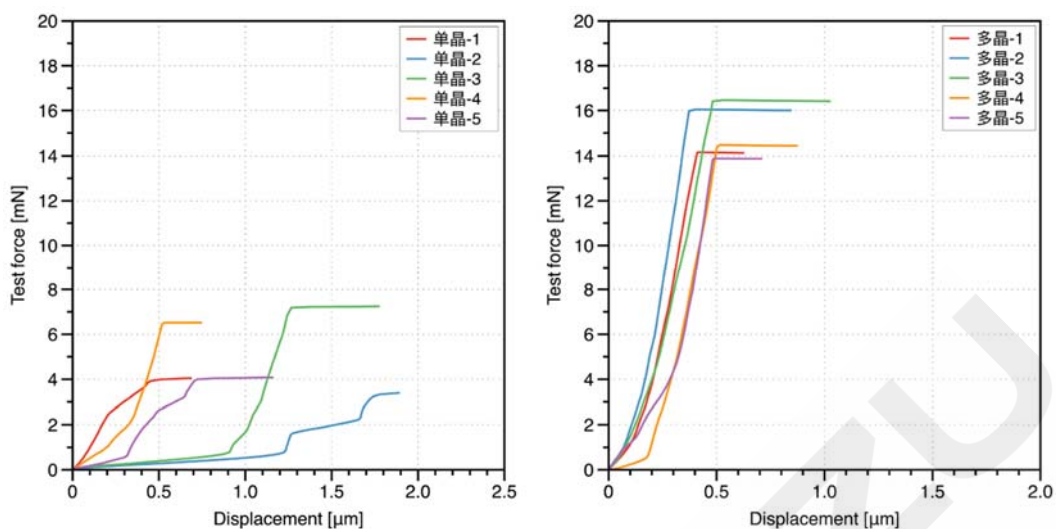


图4. 单晶、多晶试验力-压缩位移曲线图

#### 4. 结论

综上所述，参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用配有侧向观察记录试验过程装置的岛津 MCT-211 微小压缩试验机可以轻松对单晶和多晶三元正极颗粒进行抗压强度测试。测试过程友好便捷，试验数据稳定，丰富的软件分析功能可以轻松查看多种曲线图，从而更直观对比不同数据点之间的特性，侧向 CCD 可实时观测和记录压缩过程，可查看试验力-位移曲线每点数据对应的测试图像。总之，MCT-211 微小压缩试验机可以非常好地对微米尺度的正负极颗粒进行强度评价，为不断提高锂电能量密度研究提供更好地助力。

# 硅碳材料颗粒 MCT 抗压强度测试

**摘要:** 本文介绍了参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准,使用配有侧向观察记录试验过程装置的岛津MCT-211微小压缩试验机,对硅碳材料颗粒进行抗压强度测试。试验结果表明,MCT-211微小压缩试验机以其载荷高精度、运行高稳定性可以对硅碳材料颗粒进行抗压强度评价,通过MCT分析软件可以观察对比颗粒的压缩曲线和数据。

**关键词:** MCT-211 硅碳材料颗粒 抗压强度

近年来,硅碳电池作为一种高效新能源电池逐渐崭露头角。硅碳电池相对传统锂离子电池具有电量更大,循环寿命更好长,充电更快,安全性更好,成本更低的特点。这些优势使硅碳电池成为未来新能源电池技术发展的重要方向,对于提高电池能量密度和改善电池性能具有巨大的潜力。

硅碳电池的性能改善是通过控制硅碳负极材料硅碳颗粒结晶度来实现优化的,硅碳结晶度越高且颗粒粒径尺寸稳定,硅碳电池的循环寿命就越长。所以硅碳颗粒的好坏就成为把控硅碳电池质量的关键。

该应用报告参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准,使用岛津MCT-211微小压缩试验机对硅碳颗粒进行压缩强度测试。抗压强度是硅碳颗粒性能的重要指标——抗压强度高的硅碳颗粒在辊压后结构保持完整,有助于提升首次效率和容量保持率。同时,具有适中或较高抗压强度的硅碳颗粒,能更好地抵抗膨胀应力,维持电极结构稳定,从而延长循环寿命。

因此,使用MCT对硅碳电池的硅碳颗粒进行微小载荷抗压强度测试是检测硅碳电池质量的一种方便可行的测试方法。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-211 微小压缩试验机。

### 1.2 分析条件

试验类型: 压缩试验

试验力范围: 0.1~1961mN

试验力精度: 显示值的±1%

位移测量范围: 0~10μm

位移测量精度: 0.0001μm

显微镜放大倍率: X500 (X50倍物镜)

### 1.3 样品处理

样品为粒径 5~10μm 的硅碳颗粒,测试前需要通过乙醇进行分散,取适量硅碳颗粒放入干净离心试管,试管中注入乙醇溶液,摇匀,移取微量溶液至洁净样品台,待乙醇溶液挥发后可进行测试。

## 2. 硅碳颗粒MCT微小载荷抗压强度试验介绍

本文根据《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》标准进行测试。该标准规定了粉末抗压强度的测试方法,适用于可压溃的球形、类球形或不规则粉末抗压强度的测定。图1为带有侧向观测装置的MCT-211微小压缩试验机和压缩测试示意图,图2为颗粒抗压强度测试方法原理图,表1为颗粒抗压强度测试条件。

粉末颗粒抗压强度计算公式:

$$P_{cs}=a \times 1000 \times \frac{F_{yk}}{\pi \times d^2}$$

$P_{cs}$ : 抗压强度, 单位为MPa;

$a$ : 计算系数, 取值为2.48;

$F_{yk}$ : 压溃力, 单位为mN;

$d$ : 颗粒粒径, 单位为 $\mu\text{m}$ , 通过显微镜测长装置测得。

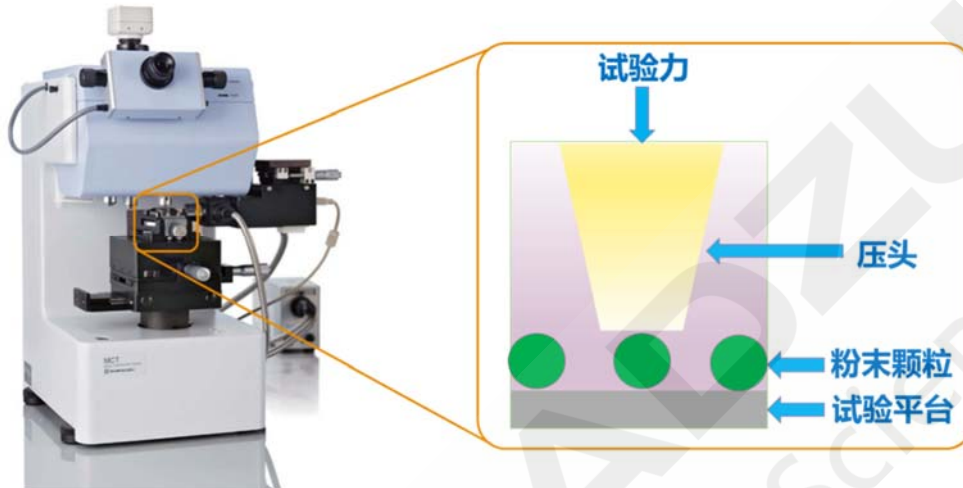


图1. MCT-211微小压缩试验机和压缩测试示意图



图2. 测试方法原理图

表1. 测试条件

参数	参数设定
仪器	MCT-211
试验模式	单一压缩试验
压头	金刚石平压头, 直径 $50\mu\text{m}$
最大试验力 (mN)	100
加载速率 (mN/s)	2.2207
保持时间 (s)	5

### 3. 试验结果

图 3 为通过显微镜正向 CCD-500X 放大倍率采集的单晶、多晶颗粒压缩前后的图像, 硅碳颗粒基本呈

球形。图 4 为硅碳颗粒试验力-压缩位移曲线图，通过曲线可以看到明显的拐点，该拐点对应的载荷就是硅碳颗粒被压溃时的试验力。表 2 为硅碳颗粒抗压强度试验结果。

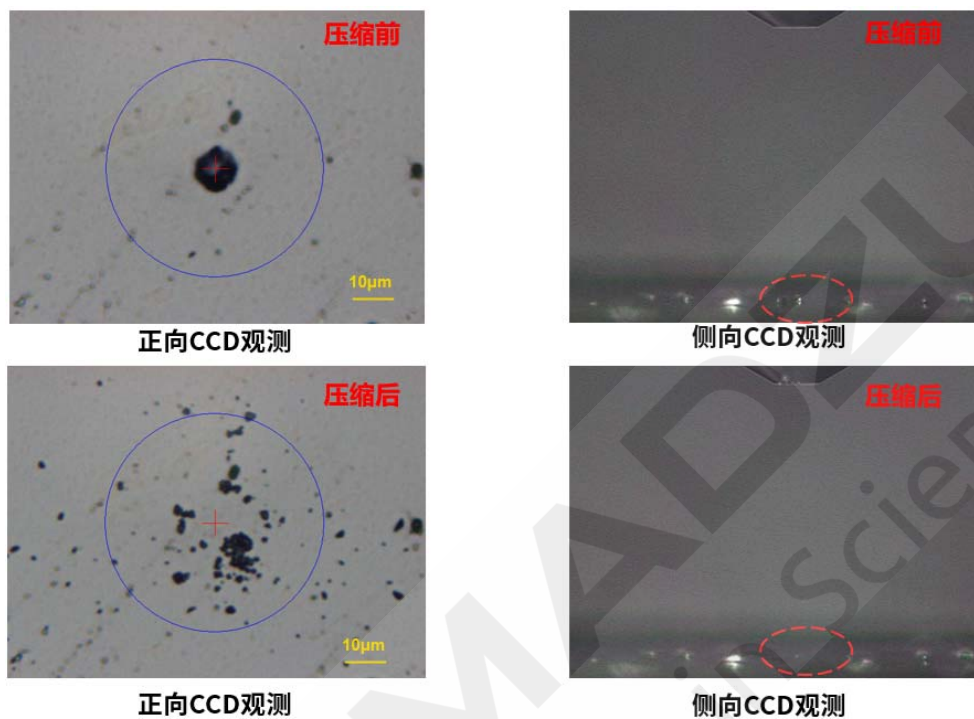


图 3. 硅碳颗粒压缩前后对比图

表 2. 试验结果

	试验力F (mN)	位移Dis ( $\mu\text{m}$ )	粒径D ( $\mu\text{m}$ )	抗压强度Cs (MPa)
1	40.52	1.6432	10.000	375
2	52.20	1.3328	10.295	389
3	38.21	1.9847	8.750	394
4	38.68	1.1966	8.895	386
5	64.90	1.2144	11.400	394
6	38.78	1.2533	8.825	393
7	41.94	2.1374	9.705	352
平均值	46.03	1.5375	9.696	383

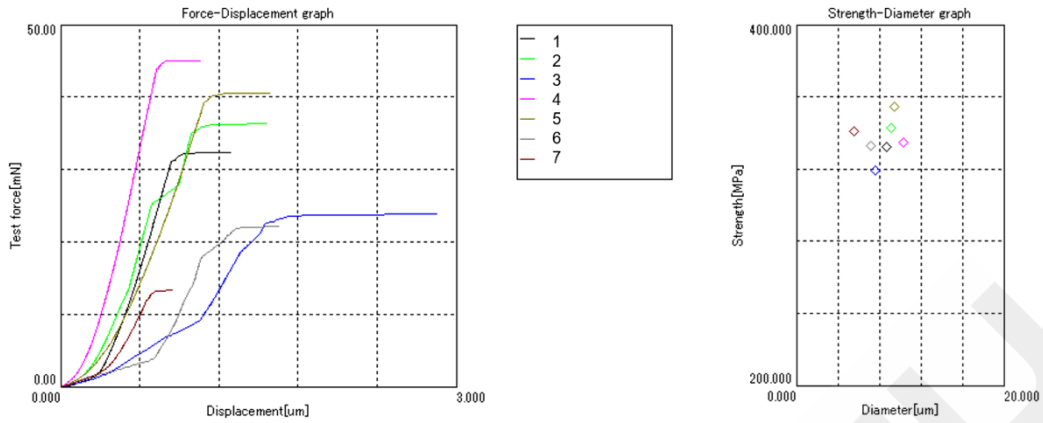


图 4. 硅碳颗粒试验力-压缩位移曲线图（左）、压缩强度-粒径直径曲线（右）

通过对图 3 的数据和表 4 的压缩载荷—位移曲线进行分析，我们可以知道该硅碳颗粒材料存在明显的压溃点。分析表 4 的压缩强度-粒径直径曲线，数据点的离散越小，抗压强度 CS 的偏差越小，说明硅碳颗粒的抗压性能越稳定，颗粒的稳定性较好。

#### 4. 结论

综上所述，参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用配有侧向观察记录试验过程装置的岛津 MCT-211 微小压缩试验机可以对硅碳颗粒进行抗压强度测试。测试便捷，试验数据稳定，MCT 分析软件分析功能可显示多种曲线图，帮助用户直观对比不同数据点之间的特性，侧向 CCD 可实时观测和记录压缩过程，也可查看每组数据对应的测试曲线。MCT-211 微小压缩试验机可以非常好地对微米尺度的硅碳材料颗粒进行强度评价，为硅碳材料研究提供有力的帮助和应用解决方案。

## 细胞团压缩试验

近年来,各种研究机构和企业再生医疗的治疗应用方面投入了越来越多的精力。通过在体外培养细胞和组织后进行移植,治疗受伤和疾病的再生医疗有望改善在现有的医疗条件下难以治愈的疾病,因此受到了广泛关注。2014年,作为世界上首次使用人类iPS细胞的临床研究,进行了视网膜色素上皮细胞的移植。以此为开端,实施了培养神经细胞、培养软骨细胞、培养心肌细胞片等的临床试验,表明再生医学正在从研究阶段逐步转向临床应用阶段。另一方面,在进入临床应用之前,还有一些问题需要解决,其中一项最为重要的品质问题是建立用于移植的培养细胞与组织的质量管理技术。在目前的情况下,有些时候必须依赖于专家进行质量判断,因此需要提供一种可以对培养细胞和组织的各种特性进行定量评估的质量管理方法,以促进再生医学的未来普及。

作为上述特性的定量评估示例,本文中介绍相当于细胞团(培养组织模型)硬度的变形强度检测案例。津制作所的微小压缩试验机MCT™适用于微型样品的压缩试验,可应用于柔软试样—细胞团的测量。一般来说,细胞和组织比较脆弱,很难使用试验机进行力学定量评估,但通过MCT的高精度位移检测和试验力测量,可以完成变形强度的定量评估。使用高精度试验机进行定量评估,有望对再生医疗的普及贡献一份力量。

### 1. 试样

在本次测试中,由三种细胞—HEK293细胞以及A和B两种诱导多能干细胞(人类诱导多能干细胞系)制备了细胞团。HEK293是源于人类胎儿肾脏的细胞株,是一种通用细胞系。iPS细胞A、B是使用源于不同人的细胞,通过相同的方法建立的iPS细胞株。

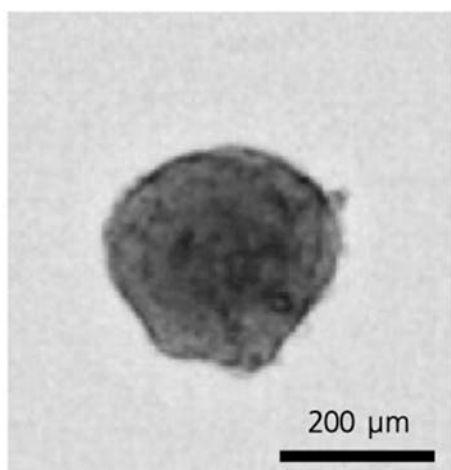
通过上述三种细胞形成细胞团的方法采用了使用低粘附力U型底96孔板的方法。所使用的试剂等如表1所示。另外,形成方法的详情如表2所示。在对本次的细胞团进行试验时,为使其失活而进行了固定化处理。

表 1. 使用试剂类

培养容器	: 低附着力 U 型底部 96 孔板
HEK293	: 培养基: D-MEM 培养基, 胎牛血清(FBS)
iPS 细胞	: 培养基: AK02N; ROCK 抑制剂: Y-27632
固定化的试剂	: 4% 多聚甲醛

表 2. 细胞团形成步骤

- 1 在 96 孔板中播种细胞 (播种密度:  $1 \times 10^3$  cells/well)
- 2 培养 4 天
- 3 多聚甲醛固定化处理
- 4 在 PBS 内保存



a.上面图像（在溶液中）



b.侧面图像（大气中）

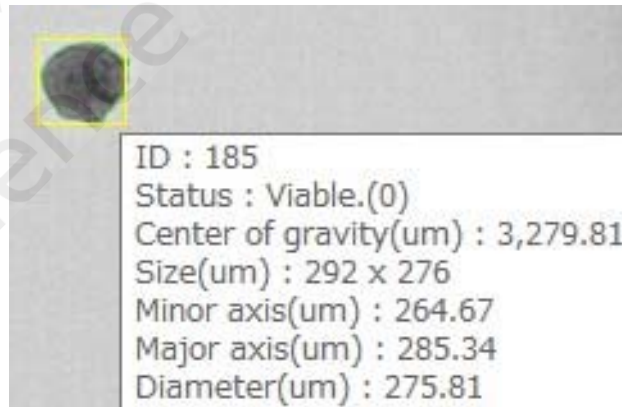
图1. 细胞团（HEK293）

## 2. 测量细胞团的粒径

使用 Cell<sup>3</sup> imager duos (SCREEN 公司) 评估了所培养细胞团的形状信息。使用本装置可以一次性获取在 96 孔板上培养的细胞团形状信息。关于本试验所需的细胞团尺寸信息，本装置可以在 4 分钟之内完成约 200 个孔（相当于两个 96 孔板）的测量，非常方便地获取尺寸信息。所得到的 HEK293、iPS 细胞 A、iPS 细胞 B 等三种细胞团的平均尺寸如表 3 所示。计算变形强度时，使用了通过本方法测量的粒径。



a. 装置外观



B. 图像分析结果示例

图2. 基于Cell3 imager duos 的分析

表3. 基于细胞团样品的平均尺寸

HEK293	Φ 231.31 μm
iPS 细胞 A	Φ 243.13 μm
iPS 细胞 B	Φ 225.59 μm

### 3. 试验方法

图 3 所示为预处理方法。用微量移液管将细胞团逐个滴到载玻片上。如果液滴覆盖了细胞团，开始压缩时，会首先附着在压盘上，对试验造成影响，因此，使用擦拭纸和棉签轻轻擦拭液滴，在 30 秒以内使用 MCT-510 进行了压缩试验。

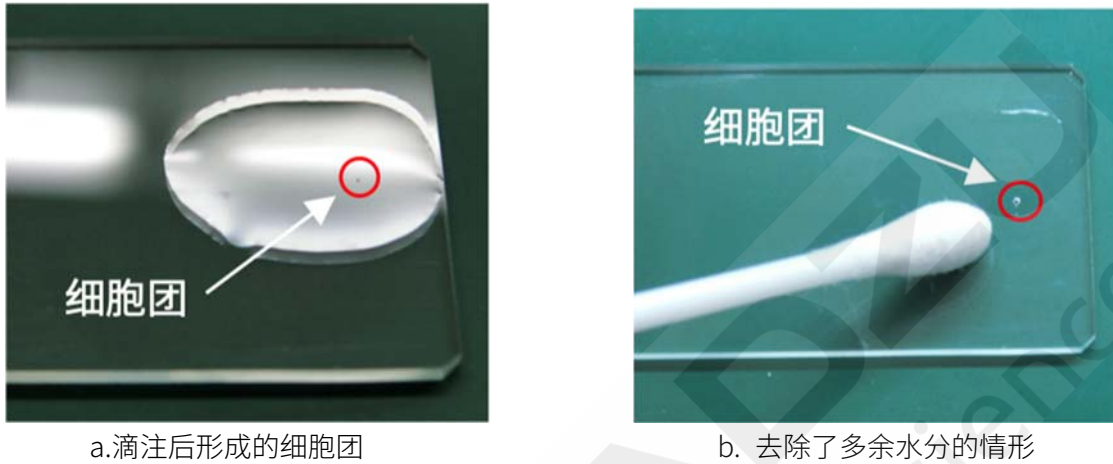


图 3. 试验预处理方法

表 4 所示为 MCT-510 试验条件。图 4 所示为 MCT-510 的外观和试验示意图。使用 MCT-510 可以对颗粒逐个进行压缩试验，并可以通过使用侧面观察套件，用视频观察压缩情形。另外,变形强度的计算公式如下所示。该公式中的粒径  $d$  使用的是 Cell<sup>3</sup>imager duos 测量的值。通常，测量粒径长度时使用 MCT-510 附带的光学显微镜，但在本试验中使用的细胞团会因为干燥、细胞团本身的柔软性而进行变形，因此,使用了 Cell<sup>3</sup>imager duos 的测量值。

$$\sigma_{10\%} = \frac{F_{10\%}}{A}$$

$$A = \frac{\pi \times d^2}{4}$$

$\sigma_{10\%}$ : 颗粒尺寸发生 10% 压缩位移时的变形强度 (MPa);

$F_{10\%}$ : 颗粒尺寸发生 10% 压缩位移时的试验力 (N);

A: 典型表面积 ( $m^2$ ) (该表面积相当于一个圆形面积, 是根据压缩前测量的颗粒尺寸计算得出的);

d: 颗粒粒径 (m)。

表 4. MCT-510 的试验条件

仪器	MCT-510
试验模式	压缩试验
压头	金刚石平压头, 直径500 $\mu$ m
最大试验力 (mN)	400
加载速率 (mN/s)	3.8736
测试次数	5

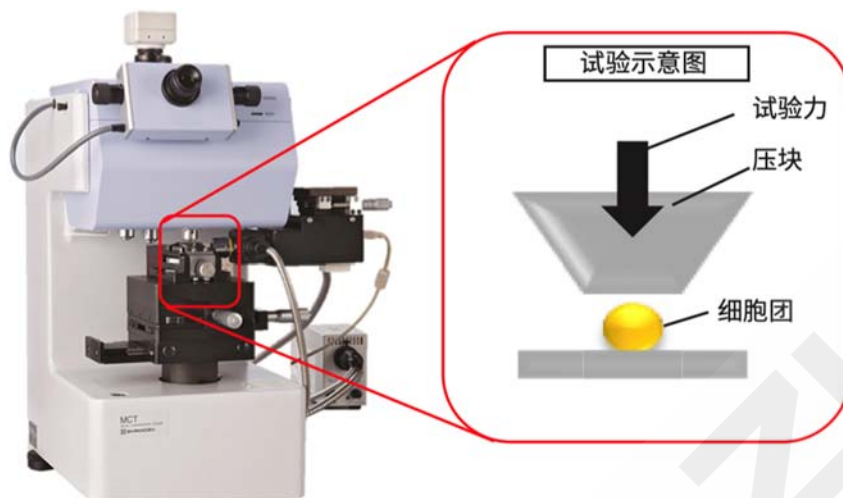


图 4. 试验装置和试验示意图

#### 4. 试验结果

表5所示为试验结果（各5点的平均值）。因为未检测到明确的破坏点，因此，根据粒径变形10%时的试验力计算了变形强度 $\sigma_{10\%}$ 。各变形强度的顺序如下所示。结果表明，HEK293 和 iPS 细胞 A 可见显著差异，同时，不同来源的iPS细胞之间也可见差异。

HEK293 > iPS 细胞 B > iPS 细胞 A

试验力-位移图如图5所示，使用MCT-510压缩细胞团的情形如图6所示。HEK293的位移约为20~ 60 $\mu\text{m}$ 、iPS细胞的位移约为20~40 $\mu\text{m}$ 的部分是试验力变化较小的范围，该范围内表5实验结果的细胞团变形较大。

表5 实验结果

样品	HEK293	iPS 细胞 A	iPS 细胞 B
平均直径 ( $\mu\text{m}$ )	271.78	243.13	225.59
变形强度 $\sigma_{10\%}$ (MPa)	1.91	1.26	1.77

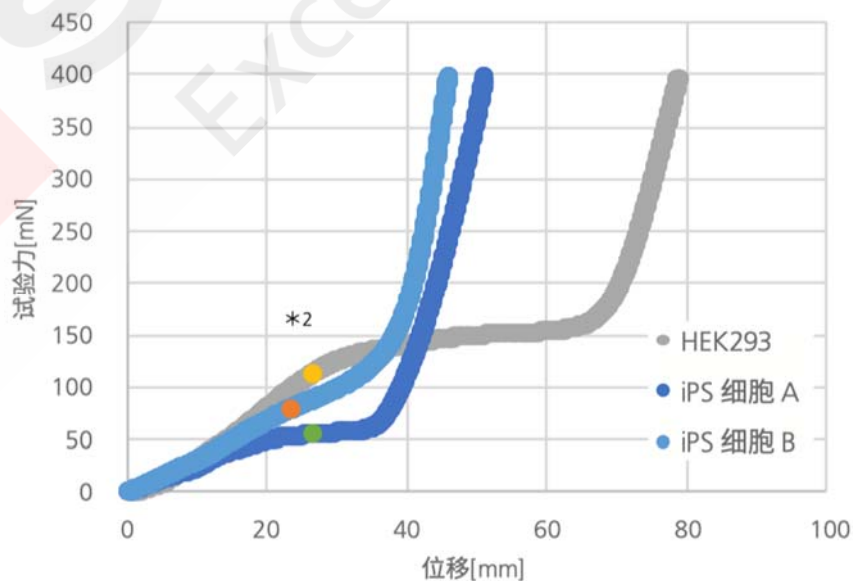


图 5. 试验力-位移曲线图



a. 压缩前



b. 压缩后

图 6. MCT-510 对细胞聚集体的压缩前后图（侧向观察装置拍摄）

## 5. 总结

作为在今后的再生医疗普及中所需的对细胞和组织进行定量性质量管理的示例，本文介绍了利用力学特性-变形强度进行定量评估的实例。使用岛津的MCT-510可以对质地柔软、评估困难的细胞团进行压缩试验。结果表明可以区分每种细胞类型的特征。此外，即使是同类的细胞，也可以检测到出不同来源引起的差异，因此有望用于细胞和组织的质量控制。微压缩试验机MCT-510是一种可作为柔软、易变形试样的新评估指标使用的试验机。

# 锂离子电池负极材料压缩试验

锂离子电池是一种可充电电池，其通过从活性材料结构中脱嵌/嵌入锂离子 (Li<sup>+</sup>) 来充电/放电。近年来，锂离子电池的应用剧增，人们正在积极研究如何提高其容量、延长其寿命、降低其成本并增强其安全性。锂离子电池的主要材料包括正极、负极、隔膜和电解液，其中构成电极的主要材料——活性物质，是提高性能的关键

近年来，对使用硅和金属氧化物作为负极材料进行了研究。与传统的负极材料碳相比，硅的理论容量更高，因此有望促成更高容量的锂离子电池。另一方面，充放电容易伴随着体积扩张和收缩，因此与碳负极材料相比，存在电池本身老化更快的问题。

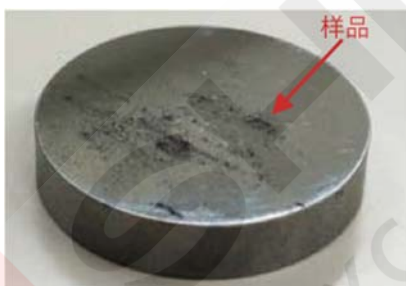
因此，为提高负极材料的性能，需要对新材料的性质进行评价。本文介绍了压缩试验中压缩强度“的测量，作为物理性质定量评价的例子。MCT-510 微压缩试验机用于对微样品进行压缩试验，可用于柔性负极材料。通过对位移和载荷的高精度测量，对压缩强度进行定量评价

## 1. 试样

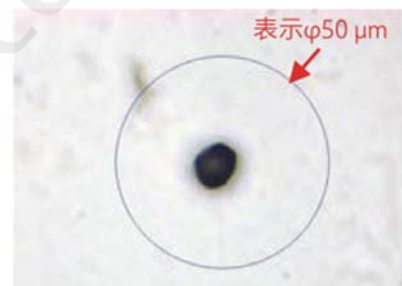
表1列出了本试验所用试样的相关信息，图1为试样的图像。如图1 (b) 所示，用勺子将负极材料分散在试样架上后，用仪器的显微镜可以观察到每个颗粒。

表1. 样品信息

样品	: 三种负极材料 (负极材料 a, 负极材料 b, 负极材料 c)
材料	: 碳 (石墨)
粒径	: 10~15μm



a. 在下压缩板上



b. 400 倍显微镜观察到的颗粒

图 1. 试样

## 2. 试验条件

图2为仪器的视图和试验示意图，表2给出了试验条件。使用MCT-510可以对单个颗粒进行压缩试验，并使用侧面观察套件通过视频查看压缩情况。

本例使用的负极材料是石墨，比较软，对于这种样品，很难正确确定接触颗粒时压缩试验的开始时间。为了解决这个问题，使用了软材料测量模式。下式为压缩强度的计算公式

$$\sigma_{10\%} = \frac{F_{10\%}}{A}$$
$$A = \frac{\pi \times d^2}{4}$$

$\sigma_{10\%}$ : 颗粒尺寸发生 10% 压缩位移时的变形强度 (MPa);

$F_{10\%}$ : 颗粒尺寸发生 10% 压缩位移时的试验力 (N);

A: 典型表面积 ( $m^2$ ) (该表面积相当于一个圆形面积, 是根据压缩前测量的颗粒尺寸计算得出的);

d: 颗粒粒径 (m)。

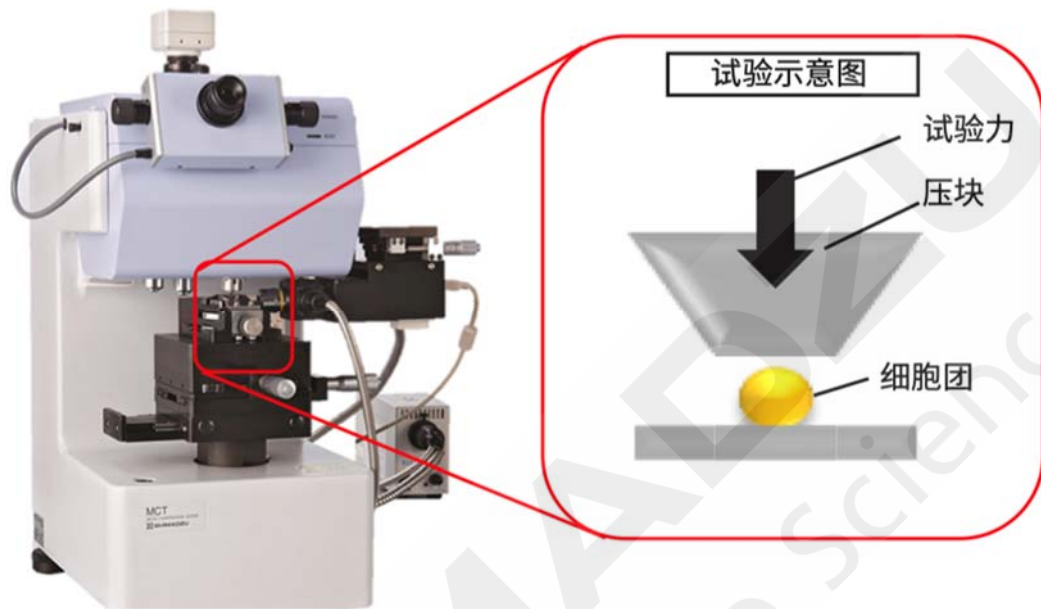


图 2. 试验装置和试验示意图

表 2. 试验条件

仪器	MCT-510
试验模式	压缩试验
压头	金刚石平压头, 直径50 $\mu$ m
最大试验力 (mN)	10
加载速率 (mN/s)	0.2231
测试次数	10

### 3. 结果

表 3 列出了试验结果 (平均值), 图 3a 为试验结果 (5 个点的压缩强度), 图 3b 为载荷-位移图。在这些试验中, 选择了较圆的颗粒, 在对每种材料的每 10 个颗粒进行测量后, 选择了最接近中心值的 5 个点。从图 3b 中无法检测到明显的失效点, 因此根据压缩量为粒径 10% 时的载荷计算出压缩强度  $\sigma_{10\%}$ , 并将其作为比较的参考。每种材料的压缩强度值排序如下, 试样间存在明显差异。

负极材料 c > 负极材料 a > 负极材料 b, 每个试样的表面情况不同; 负极材料 c 有碳涂层, 而负极材料 b 没有涂层, 因此压缩强度存在差异, 并且每个试样都有其特性。

图 4 为试验过程中的负极材料 a 以及相应的载荷-位移图。使用侧面观察组件时, 可以将载荷-位移图上各点的运动与压缩试验期间拍摄的视频联系起来。每张照片提取自侧面观察组件拍摄的视频, 载荷-位移图上的红点表示每张照片上的载荷和位移。照片 (1) 至 (4) 为时间序列的颗粒压缩图像, 可以看出, 在大约

0.84 至 3.63 mN 时，颗粒明显变形。

表 3. 试验结果 (平均值)

样品	负极材料 a	负极材料 b	负极材料 c
平均粒径 ( $\mu\text{m}$ )	13.32	12.54	13.11
压缩强度 $\sigma_{10\%}$ (MPa)	7.29	3.04	13.66

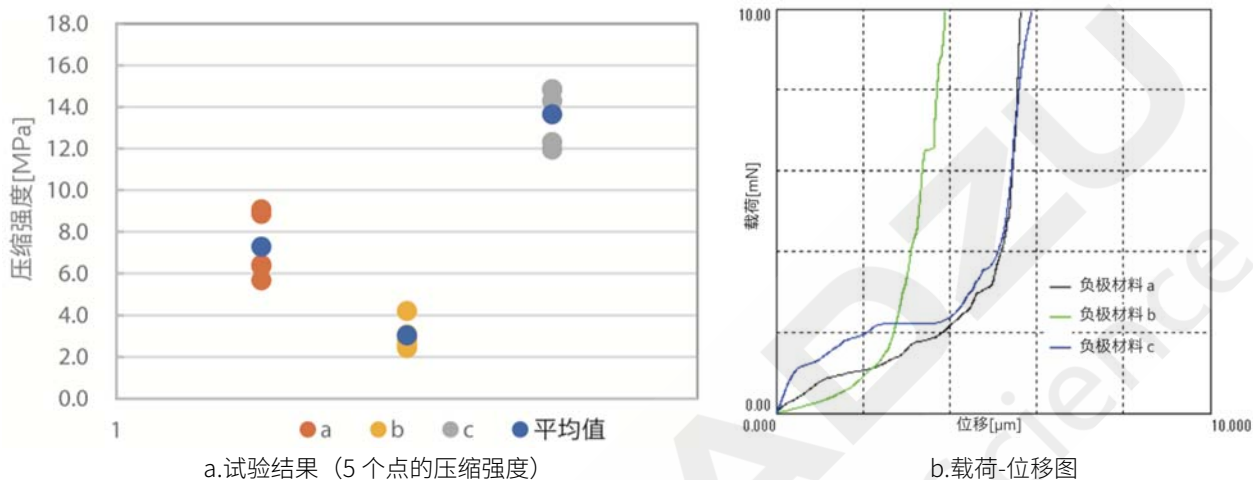


图 3. 测试结果及曲线图

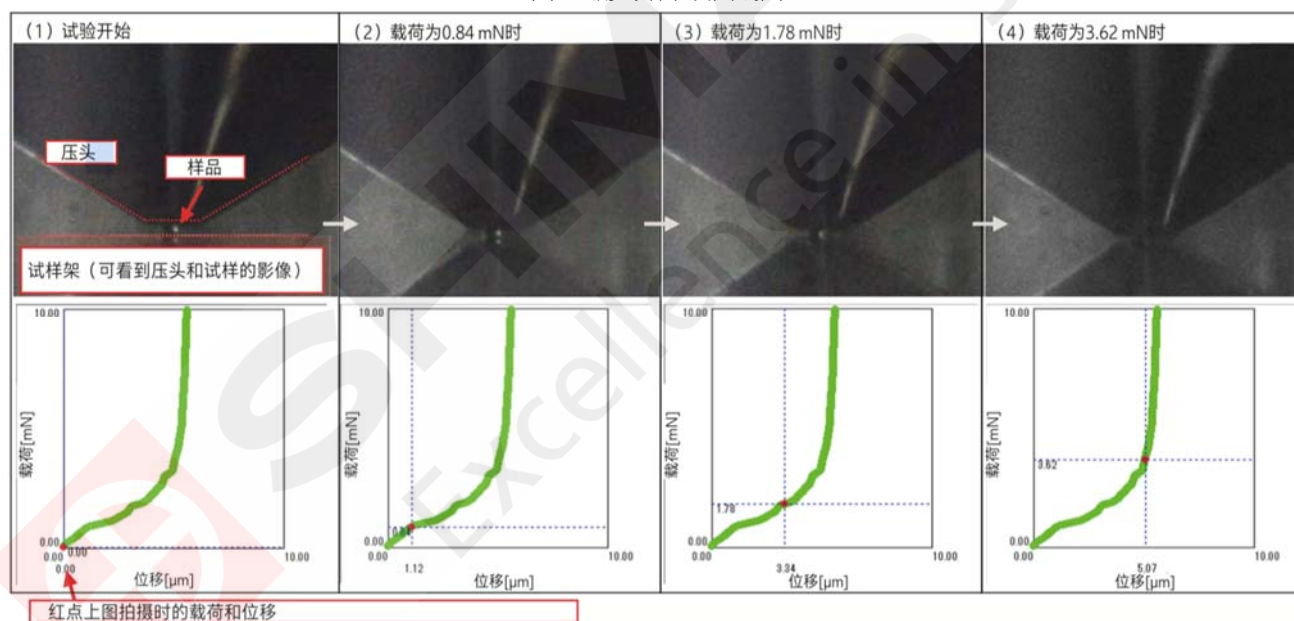


图 4. 试验过程中的负极材料 a 以及相应的载荷-位移图

#### 4. 结论

本文介绍了利用压缩强度对负极材料进行定量评价的实例，压缩强度是力学评价项目之一。有在容器中放入一定量的粉末，对粉粒整体压缩进行压缩试验的方法。然而，本法是对单个颗粒进行压缩，因此可以清楚地看到颗粒之间的强度差异。在本例中，使用 MCT-510 进行了压缩试验，可以获得以一个颗粒为单位的负极材料导致的强度差异，因此预期将来可用于提高负极材料的质量。MCT-510 微压缩试验机不仅适用于评价负极材料的微颗粒，也适用于评价正极材料的微颗粒等。

# MCT 对等离子显示屏背板肋条压缩测试

**摘要：**本文介绍了用岛津MCT-W500型微型压缩试验机对肋条试样（低熔点玻璃）进行压缩试验的例子，测量断裂强度与位移之间的关系。配合使用长度观察套件与侧面观察套件，可以在显微镜下观察到试样的微观变化，极大提升实验结果的说服力。

**关键词：**微小压缩试验机 等离子屏肋板 抗压强度

PDPs (Plasma Display Panel) 等离子显示屏是继阴极射线管 (CRT) 和液晶屏 (LCD) 之后的一种新颖直视式图像显示器件。因为其薄而亮，而且可以大尺寸生产的特点，被广泛用于大型平板电视中。PDP 结构是由两块玻璃基板（一块前一块后）叠合而成，在两块基板之间的空隙中排出空气后注入气体混合物，在基板上形成许多几十  $\mu\text{m}$  宽的称为“肋”的隔墙。

为了保证大型 PDP 的机械可靠性，需要对这些“肋”的强度进行严格把控，因此需要对这些“肋”的强度进行评估。下面介绍一个在 PDP 后面板上用岛津 MCT-W500 型微型压缩试验机对一个典型的肋条试样进行压缩试验的例子，以测量断裂强度与位移之间的关系。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-W510 微小压缩试验机 (带侧向观察组件)。

### 1.2 分析条件

试验类型：加载-卸载试验

压头：直径 $20\mu\text{m}$ 的金刚石平压头

测试样品种类：2 种 (A 型与 B 型)

位移测量范围：4903mN

位移测量精度： $0.0001\mu\text{m}$

显微镜放大倍率：207.411mN/s

## 2. 试验介绍

### 2.1 仪器介绍



a. MCT-W500



b. 侧向观察组件

图 1. MCT 微小压缩试验机

本试验中使用的试验机（岛津 MCT-W500 微小压试验机，图 1a 所示）可以在高精度下对微试样施加较小的力载荷。加载过程中的力和位移由内置传感器测量。用于从侧面放大和观察样品的“侧向观察组件”（图 1b 所示）也可以配置添加。

## 2.2 试验过程介绍

本试验将 PDP 后面板玻璃基板上的两个肋条（均为 54μm 宽）制备为试样，并用压头在试验机上施加压缩力，如图 2 示意图所示。

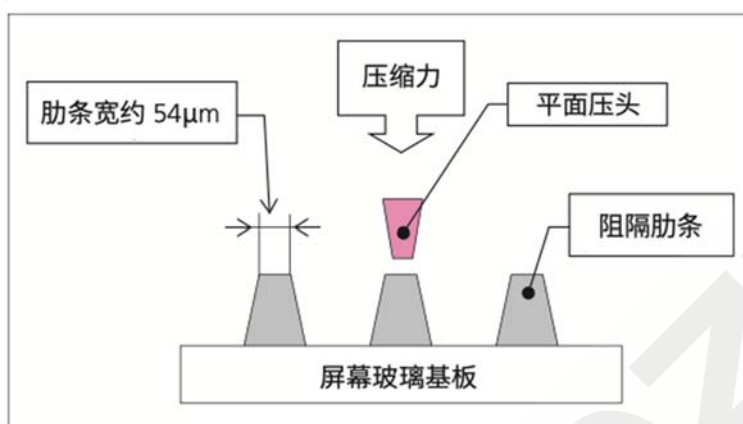


图 2. 试验示意图

## 3. 结果

图 4（从试验机输出的形状）显示了两个试样（A, B）的试验结果（断裂强度）。为了方便起见，对试验结果做简化即：

$$St = 2P / (TdL)$$

其中  $St$  为应力强度， $P$  为加载力， $d$  与  $L$  分别为肋条长与宽的尺寸。得到结果如下表 1。

表 1. 各样品计算结果

样品序号	压溃力 (mN)	肋条宽度 (μm)	肋条长度 (μm)	抗压强度 (MPa)
1	2588.2	54.20	20.0	1520.0
2	1995.1	54.20	20.0	1171.7

图 3 显示了加载过程中力与位移之间的关系。从这些结果可以看出，试样 A 的断裂强度高于试样 B 的断裂强度。图 4 显示了从侧面观察套件获得的侧面观察到的图像，图 5 显示了从长度测量套件获得的压头侧面观察到的图像。从这些放大的图像可以直观地确定破坏。（两组图像皆为样本 A）

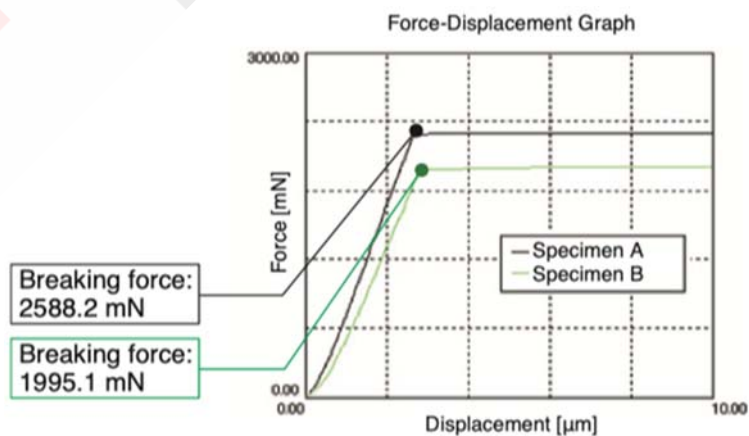


图 3. 试验力-位移曲线图



图 4. 侧向 CCD 观察图像（压缩断裂过程）



图 5. 顶部 CCD 观察图像（压缩断裂前后）

#### 4. 结论

本实验通过使用 MCT-W500 对 PDP 屏背板肋条的力学性能进行测试。通过加装侧面观察组件与上方观察组件可以观察到肋条破坏的过程，有利于进一步对肋条的强度做出改进。经验证，该套试验系统能以极小力加载该类产品并获取精准数据结果。

# 室温和高温环境下的墨粉压缩试验

## 1. 简介

打印机和复印机使用的墨粉主要由附有着色剂的树脂制成。通过加热和加压，墨粉熔化并附着在纸上，从而实现打印。使用墨粉的激光打印机具有高速、高质量和耐用等优点。然而，墨粉熔化过程中的能耗很大，给环境带来了挑战。因此，低能耗熔融墨粉的开发备受关注。

微压缩试验 (MCT) 机可通过获取微粒的断裂和压缩强度来评价墨粉强度。此外，内置高温系统可以加热样品，在实际温度条件下进行试验。本报告介绍了在室温 (25°C) 和高温环境 (50°C) 条件下对墨粉进行压缩试验的案例研究。

## 2. 压缩强度

JIS Z8844 规定了微粒的压缩试验。断裂强度用于有明显断裂行为的样品，但对于连续变形样品，如弹性和可拉伸材料，则使用以下压缩强度。

$$\sigma_{10\%} = \frac{F_{10\%}}{A}$$

$\sigma_{10\%}$ : 颗粒尺寸发生 10% 压缩位移时的变形强度 (MPa);

$F_{10\%}$ : 颗粒尺寸发生 10% 压缩位移时的试验力 (N);

A: 典型表面积 ( $m^2$ ) (该表面积相当于一个圆形面积, 是根据压缩前测量的颗粒尺寸计算得出的);

d: 颗粒粒径 (m)。

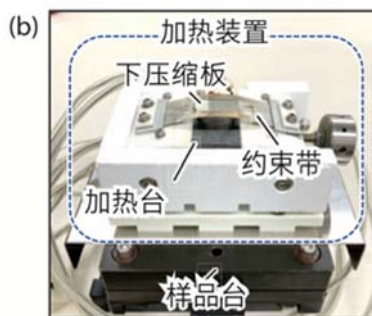
## 3. 试验仪器

试验使用了带高温装置的 MCT-510 微压缩试验机 (如图 1 (a) 所示)。高温装置的主要组成部分包括加热器装置、温度控制装置和高温系统防风箱 (见图 1 (b) 和 (c))。加热装置安装在样品台的上方, 盛放样品的下压力板放在加热台上, 并用约束带固定。热量从加热装置传递到下压力板和样品, 样品被加热。该系统可以评价在大约 50-250°C 温度范围内加热的样品的强度。在高温环境中工作时, 应注意以下几点。

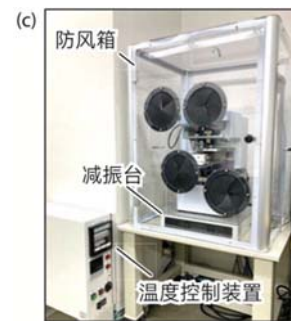
- 防风箱用于减少外部气温变化的影响。
- 温度稳定后, 不打开防风箱门, 利用门上的孔进行试验准备工作。
- 改变温度后, 至少要等待 2 小时让温度稳定下来。
- 通过 15 分钟至 1 小时的压头预热处理, 也将压头一侧加热至高温。



a. 仪器外观



b. 加热装置



c. 设备安装示例

图 1. MCT-510 微小压缩试验机

#### 4. 试验样品和测试条件

本文研究使用的样品为粒径  $5.5\mu\text{m}\sim 8.5\mu\text{m}$  的墨粉颗粒（样品 A 和样品 B）。图 2 为样品图像。如图 2 (a) 所示，用药勺将样品洒在底部压力板上防止结块。如图 2 (b) 所示，在试验中选择一个颗粒，不同时压缩其他颗粒。表 2 所示为试验条件。在试验中，选择形状接近球形的颗粒，放置在接近中央位置。



图 2. 测试样品颗粒

表 2. 试验条件

仪器	MCT-510微压缩试验机、高温装置
试验模式	压缩试验
压头	金刚石平压头，直径 $50\mu\text{m}$
最大试验力 (mN)	9.81
加载速率 (mN/s)	0.45
温度	室温 $25^{\circ}\text{C}$ ，高温 $50^{\circ}\text{C}$

#### 4. 结果

图 2 给出了试验前后的样品图像（样品 A， $25^{\circ}\text{C}$ ）。图 2 (a) 重点关注样品的外径，以测量样品的直径。图 2 (b) 示出被压平的试样，下压力板的焦点位置与试样外径重合。图 4 为样品 A 和 B 在  $25^{\circ}\text{C}$  条件下的试验载荷-位移图示例。根据试验载荷与粒径 10% 的压缩位移计算得出压缩强度。由于试验前样品的直径约为  $6.6\mu\text{m}$ ，因此计算时使用了图 4 (b) 所示的 a、b 值。当试样压缩 10% 时，试样 B 的压缩强度大于试样 A。

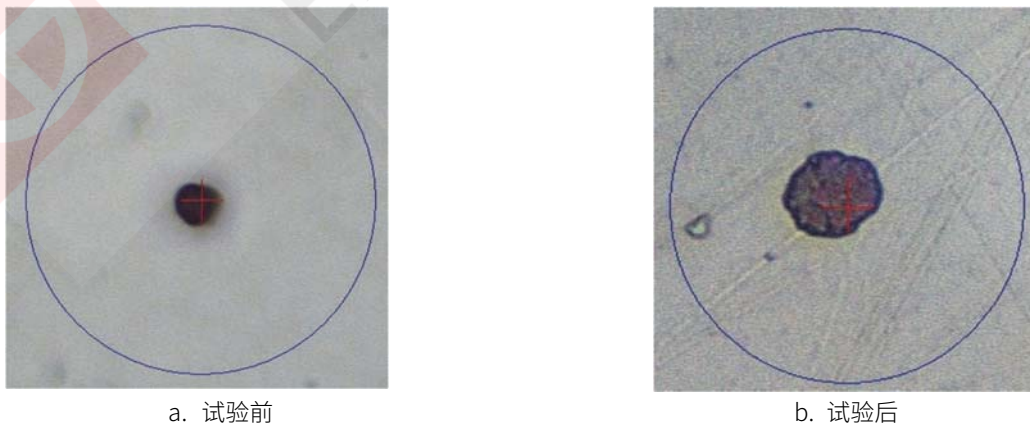


图 3. 样品试验前后图

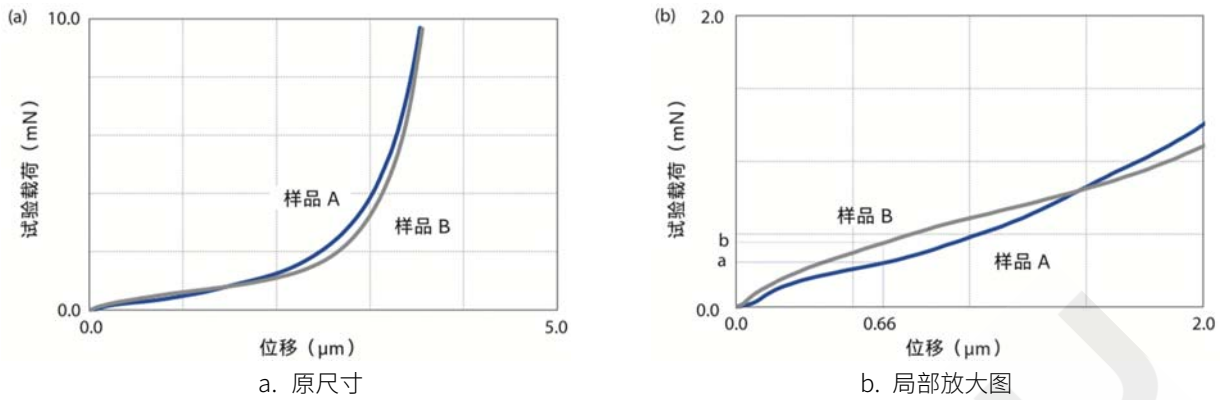


图 4. A、B 样品试验力- 位移图

接下来，当样品升温至 50°C 观察时，样品的直径增大。推测是加热引起热膨胀。进行压缩试验时，两种样品的压缩强度均小于 25°C 时的压缩强度。

表 3 列出了试验结果（平均值），图 5 示出了两种样品压缩强度与温度之间的关系。本研究中供试样品的压缩强度依次为：样品 B 的压缩强度高于样品 A，样品 B 在 25°C 时的压缩强度高于 50°C 时的压缩强度。样品 B (25°C) > 样品 A (25°C) > 样品 B (50°C) > 样品 A (50°C)

尽管用显微镜测量了尺寸，并选择了尺寸接近的样品，但压缩强度变化很大，离散系数超过 20%。因此，有必要通过进行尽可能多的试验来平均差异。

表 2. 测试结果（平均值）

样品序号	温度 (°C)	直径 (μm)	抗压强度 $\sigma_{10\%}$ (MPa)	离散系数 (%)
A	25	6.27	7.36	25
B	25	6.15	9.18	23
A	50	7.85	5.64	23
B	50	8.57	7.09	25

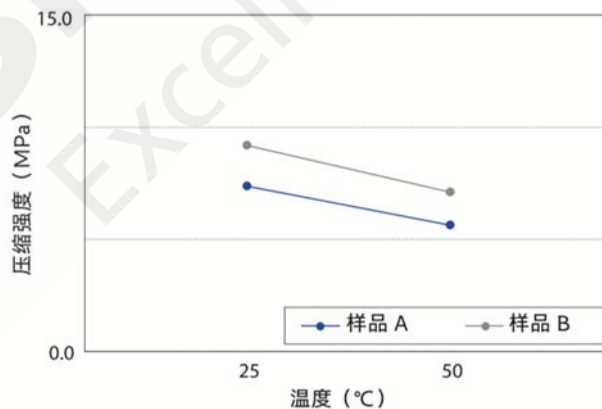


图 5. 抗压强度分布 $\sigma_{10\%}$ 图（平均值）

#### 4. 结果

本文介绍了使用 JIS Z8844 规定的抗压强度评价墨粉的示例。由于可对单个颗粒进行压缩试验，本仪器是颗粒表征的理想选择。此外，使用高温系统还可以在加热环境中进行试验，适用于墨粉和类似样品的开发和质量控制。

# 中空玻璃球抗压强度测试

**摘要:** 本文介绍使用岛津 MCT-W500 超微小压缩试验机进行中空玻璃球试样压缩的示例。该示例主要测试无机填充材试样压缩强度。

**关键词:** MCT-W500 中空玻璃球 抗压强度

工业制造中，出于各种目的，经常将无机填充材料，如碳酸钙或滑石粉，混合到塑料和橡胶制品中，用来增加功能性（例如 提高收缩性、耐热性和机械强度）和降低成本。

由于这些无机填充材料比塑料和橡胶材料具有更大的比重，有增加了产品重量的缺点。中空玻璃珠解决了上述无机填料的比重大的问题，又能确保此轻质产品具有隔热、保湿等新的独特功能，近年来得到广泛应用。但是，必须注意防止空心玻璃珠在混合、使用时破碎，因此 必须确定其强度。下面将介绍一个使用“MCT-W500 超微小压缩试验机”对中空玻璃珠进行压缩试验的示例。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-W500 微小压缩试验机

### 1.2 分析条件

试验类型：压缩试验

试验力范围：0.1~1961mN

试验力精度：显示值的±1%

位移测量范围：0~10μm

位移测量精度：0.0001μm

显微镜放大倍率：X500（X50倍物镜）

试验温度：室温（约 20°C）

### 1.3 样品信息

表1. 样品信息

试样名称	中空玻璃球A	中空玻璃球B
粒径 (μm)	45~55	45~55

## 2. 试验介绍

### 2.1 仪器参数

使用 MCT-W500 超微小压缩试验机（图1），和表2中列出加载条件进行压缩试验。将中空玻璃球试样分散在下压盘上，每次压缩测试在一个珠子上进行。在加载过程中记录了载荷和上压头位移值（位移量）。同时，通过系统提供的侧边观察套件从标本侧边获取观察图像。图2示出了一个压缩原理图，以恒定速率向试样施加高达 196 mN的力。

表 2. 试验条件

仪器	MCT-510
试验模式	压缩试验
压头	金刚石平压头，直径200μm
最大试验力 (mN)	196
加载速率 (mN/s)	12.912mN/s
保载时间 (s)	0



图1. MCT-W500 微力压缩试验机 (带侧边观察套件)

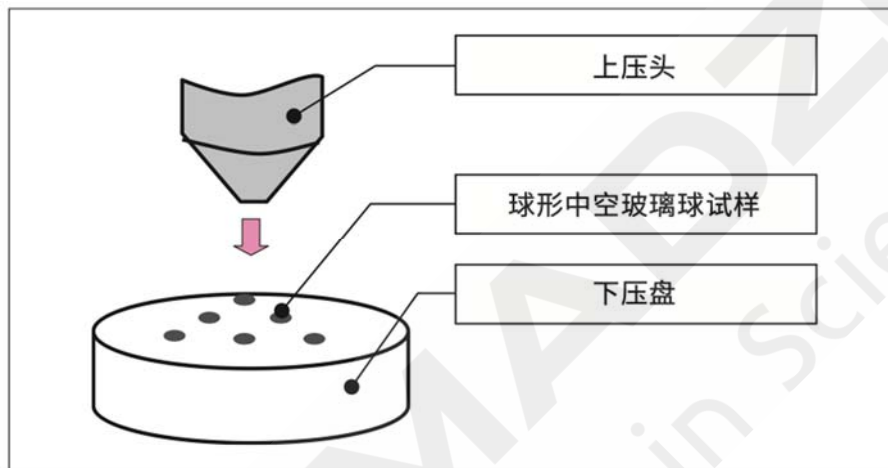


图 2. 压缩测试原理图

### 3. 结果

JIS Z8844 规定了微粒的压缩试验。断裂强度用于有明显断裂行为的样品，但对于连续变形样品，如弹性和可拉伸材料，则使用以下压缩强度。

$$St = \frac{2.8P}{\pi d^2}$$

St: 颗粒破碎时的抗压强度 (MPa);

P: 颗粒破碎时的试验力 (N);

d: 颗粒粒径 (m)。

表 3 列出了根据试验数据计算得出的每个试样的抗压强度值，图 3 为样品测试过程的试验力-位移曲线图，图 4 显示了在由侧部观察组件所拍摄颗粒压缩过程的图像。

表 2. 试验结果

试样名称	破碎试验力 (mN)	样品粒径 (μm)	抗压强度 (MPa)
A	25.005	53.110	7.901
B	48.957	51.100	16.710

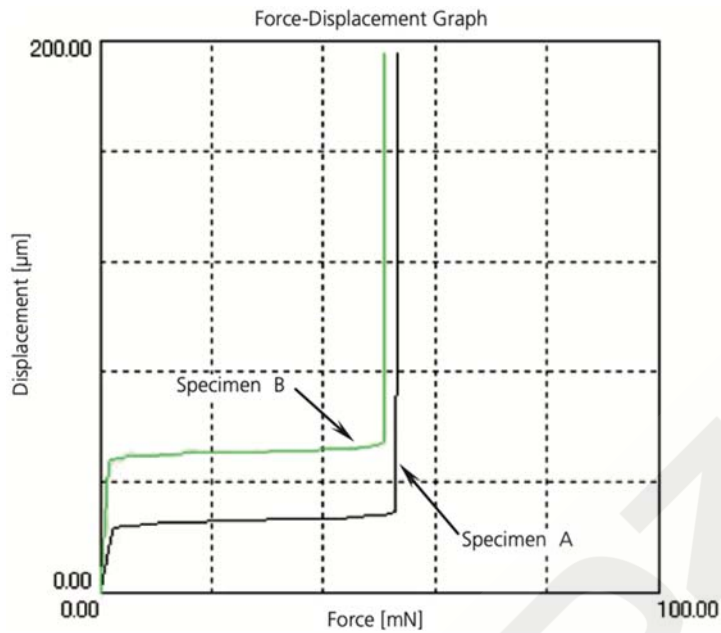


图 3. 试验力-位移曲线图

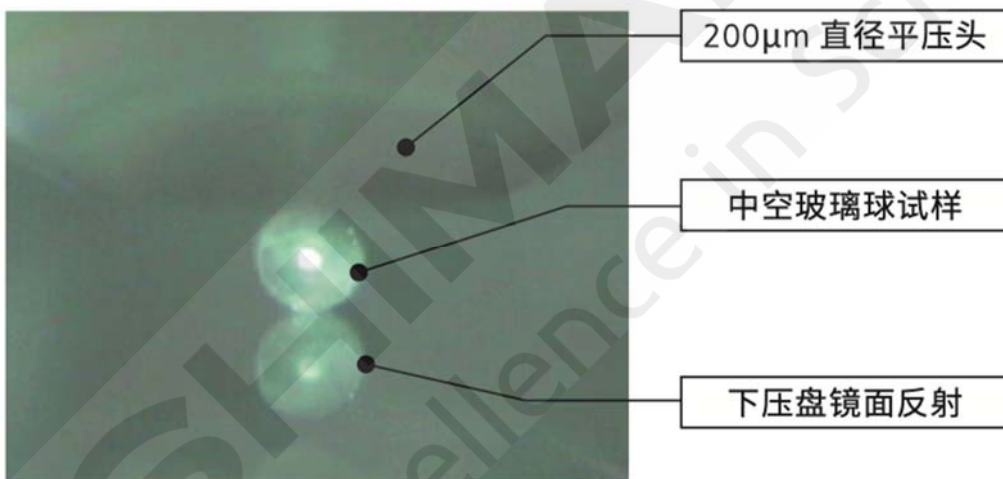


图 4. 侧向 CCD 采集压缩过程图像

#### 4. 结论

综上所述，使用 MCT-W500 超微小压缩试验机，配合岛津侧部观察组件，可以获取比较全面稳定的中空填充试样的压缩测试数据、力学曲线和图像。这对于工业制造中，中空无机材料和塑料或橡胶填充的产品研究与质量控制非常重要，并可用于类似材料的测试与研究。

# 导电镍聚合物微球抗压强度测试

**摘要：**本文介绍了参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用配有侧向观察记录试验过程装置的岛津MCT-211微小压缩试验机，对导电镍聚合物微球进行抗压强度测试。试验结果表明，MCT-211微小压缩试验机以其载荷高精度、运行高稳定性可以对微米级导电镍聚合物微球进行抗压强度评价，具有丰富功能的分析软件可以清晰直观查看对比不同数据点的特性。

**关键词：**MCT-211 导电镍聚合物微球 抗压强度

微球是直径在纳米和微米尺度范围的球形颗粒，广泛应用于生物制药、电子信息、医疗器械、国防军工等领域。未来高技术和新兴产业高速发展的同时，对纳米微球材料的性能和制备技术也提出了越来越高的要求。

其中，导电微球作为电子器件中不可或缺的一部分，其是一种由聚合物或金属材料制成的球形粒子，其表面涂覆有导电聚合物或导电金属层，常见材料包括金、镍、银、铜以及碳纳米管等，在电子元器件、电路板、传感器等多个领域中均有应用场景。

导电微球中的导电镍微球是一种通过表面镀镍工艺赋予非导电基体微球（如玻璃、塑料或聚合物微球）导电功能的复合材料。其核心是通过金属镍的镀层实现导电性、磁性和耐腐蚀性，同时保留基体材料的轻量化或低成本优势。在电子封装与互联领域，导电镍球为微间距电极之间的连接而设计，如两个液晶显示面板上的玻璃板之间的垂直传导，还可用于分散于粘结剂中制备各向异性导电膜（ACF）或各向异性导电胶（ACP）应用于液晶显示器的封装。在电池与超级电容器领域，其可作为导电添加剂，提升电极材料导电性。为不断提高导电镍微球性能和使其具有更广的应用领域，评估其单颗颗粒的抗压强度对微球的研发和更好应用具有很大的意义。

本研究中，参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用岛津 MCT-211 微小压缩试验机对直径约为 5.8 $\mu\text{m}$  的导电镍聚合物微球进行抗压强度测试。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-211 微小压缩试验机。

### 1.2 分析条件

试验类型：压缩试验

试验力范围：0.1~1961mN

试验力精度：显示值的 $\pm 1\%$

位移测量范围：0~10 $\mu\text{m}$

位移测量精度：0.0001 $\mu\text{m}$

显微镜放大倍率：X500（X50倍物镜）

## 2. 试验介绍

### 2.1 仪器参数

本文根据《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》标准进行测试。该标准规定了粉末抗压强度的测试方法，适用于可压溃的球形、类球形或不规则粉末抗压强度的测定。图1为带有侧向观测装置的MCT-211微小压缩试验机和压缩测试示意图，图2为颗粒抗压强度测试方法原理图，表1为颗粒抗压强度测试条件。

此外，粉末颗粒抗压强度计算公式如下：

$$P_{cs}=a \times 1000 \times \frac{F_{yk}}{\pi \times d^2}$$

$P_{cs}$ : 抗压强度, 单位为MPa;

$a$ : 计算系数, 取值为2.48;

$F_{yk}$ : 压溃力, 单位为mN;

$d$ : 颗粒粒径, 单位为 $\mu\text{m}$ , 通过显微镜测长装置测得。

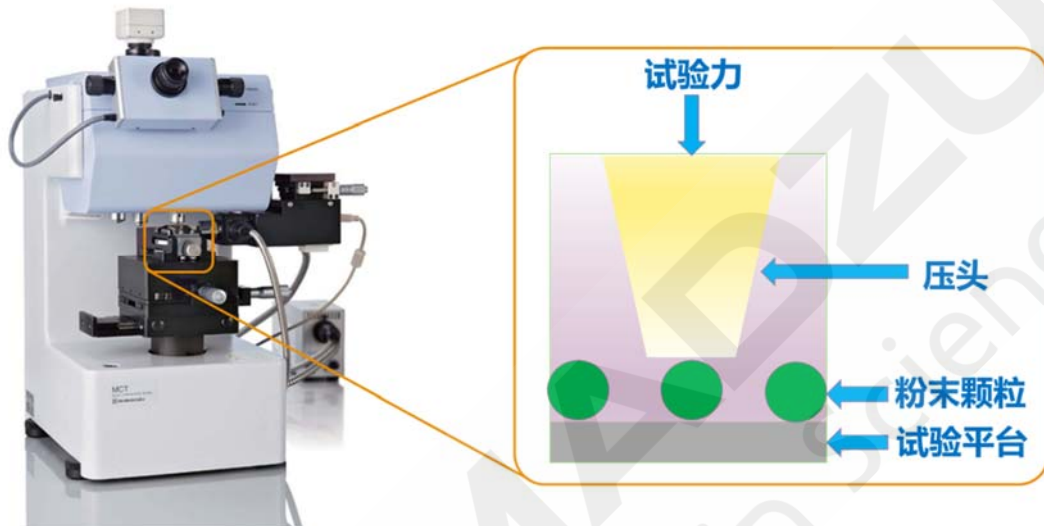


图1. MCT-211微小压缩试验机和压缩测试示意图

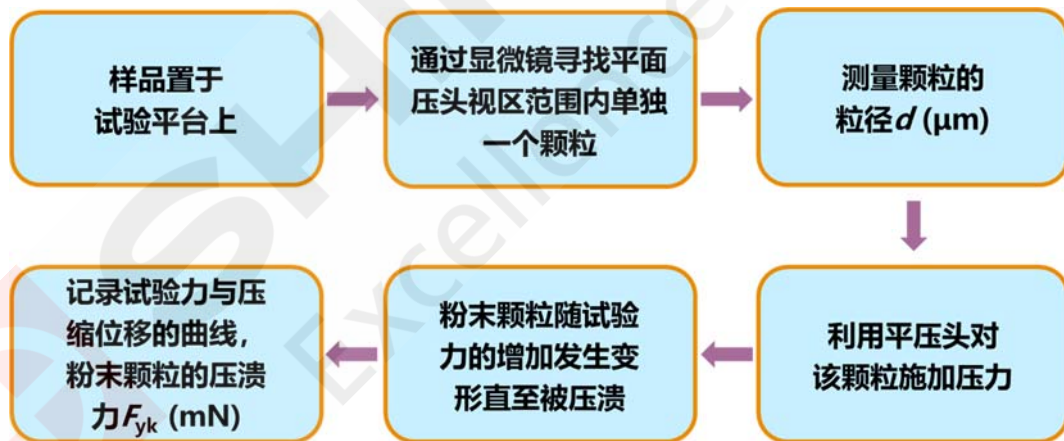


图2. 测试方法原理图

表1. 测试条件

参数	参数设定
仪器	MCT-211
试验模式	压缩试验
压头	金刚石平压头, 直径50 $\mu\text{m}$
最大试验力 (mN)	50
加载速率 (mN/s)	2.9609
保持时间 (s)	0

### 3. 试验结果

图3为通过显微镜观测的颗粒压缩前后图像，正向CCD观测和侧向CCD观测分别为500X和100X放大采集的颗粒压缩前后的图像，侧向CCD观测装置可以清晰直观记录压缩试验全过程。图4为试验力-压缩位移曲线图，曲线的平台拐点为颗粒被压溃时的试验力 $F_{yk}$ 。表2为颗粒抗压强度试验结果，测试共5个数据，导电微球的平均粒径为 $5.880\mu\text{m}$ ，平均压溃力为 $25.31\text{mN}$ ，平均抗压强度为 $578\text{MPa}$ 。

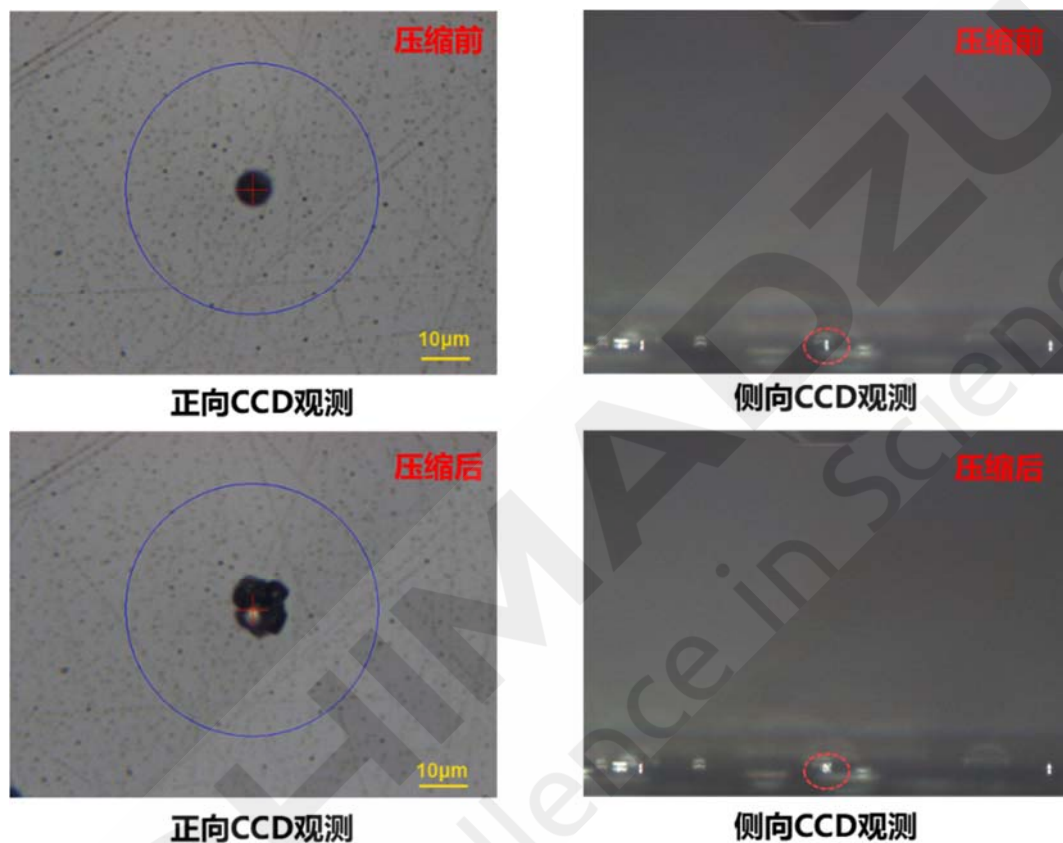
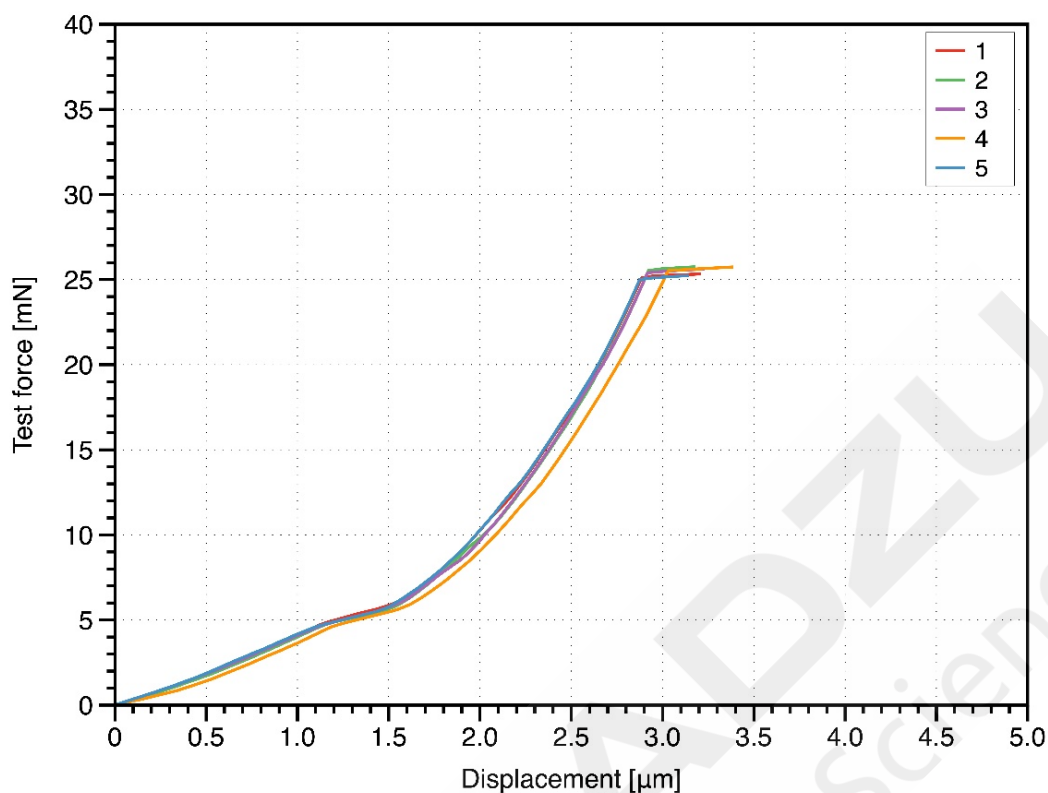


图 3. 颗粒压缩前后图像

表 2. 试验结果

序号	压溃力 $F_{yk}$ (mN)	位移dis ( $\mu\text{m}$ )	粒径d ( $\mu\text{m}$ )	抗压强度 $P_{cs}$ (MPa)
1	25.11	2.8881	5.880	573
2	25.53	2.9230	5.880	583
3	25.40	2.9188	5.880	580
4	25.52	3.0342	5.880	583
5	25.00	2.8746	5.880	571
平均值	25.31	2.9277	5.880	578
相对标准偏差 (%)	3.075	2.148	0	2.772



#### 4. 结论

综上所述，参考《GB/T 43091-2023 粉末抗压强度测试方法》测试标准，使用配有侧向观察记录试验过程装置的岛津 MCT-211 微小压缩试验机可以轻松对微米级导电镀镍聚合物微球进行抗压强度测试。测试过程友好便捷，试验数据稳定，丰富的软件分析功能可以轻松查看多种曲线图，从而更直观对比不同数据点之间的特性，侧向 CCD 可实时观测和记录压缩试验全过程。总之，岛津 MCT-211 微小压缩试验机可以精确地对微米级导电镀镍聚合物微球进行抗压强度评价，为不断提高导电镀镍微球的研究性能及应用提供更好地助力。

# 洁肤霜微粒压缩试验

**摘要：**本文向您介绍使用岛津MCT-W500超微小压缩试验机进行洁肤霜中微粒试样压缩的示例。该示例主要针对化妆品中的微型颗粒的压缩强度测试，给出使用MCT-211系列超微小压缩试验机在化妆品领域的应用实例。

**关键词：**MCT微小压缩试验机 洁肤霜颗粒 压缩试验

如果你希望还有更好的修护产品，不妨试试修护霜的“微粒”。在众多的护肤产品中，皮肤专家推荐选择含有彩色微粒修护霜。这些悬浮在修护霜中的小小微粒，富含特殊配方，有助于消除并预防皮肤受到的伤害，使肌肤平滑的效果发挥到极致。

科技的高速发展令微粒在护肤品大有作为，微粒型眼霜、微粒型面膜、微粒型营养水等，都是通过皮肤细胞间复合细胞连接网络的自然方式，给予肌肤纯所能提供的一切营养。

Scrubs是一种洁肤霜，是指含有大量微粒用于抛光的面霜。微颗粒的成分有很多种，如植物种子或合成聚合物等天然材料。据说它们能有效去除旧的皮肤层，用于去除毛孔深处的污垢。

但是，根据使用的微粒，刺激可能太强，对于敏感或皮肤破损的人，皮肤可能会受损，使用前应小心。如何评价化妆品中的微粒硬度是否对皮肤无害，岛津超微小压缩试验机给出了应用实例。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

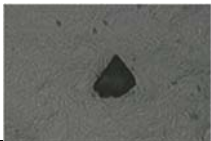
岛津 MCT-W500 微小压缩试验机，如图 1 所示。

### 1.2 分析条件

试验温度：室温 20°C左右。

### 1.3 样品及处理

表 1. 试样（试样 A, B, C）的形状规格和尺寸数据

试样名	A	B	C
平均粒径 (μm)	39.1	172.5	40.1
颗粒形状	球形	不规则形	不规则形
粒子图像 (测试前)			

## 2. 试验介绍

采用岛津MCT-W500微小压缩试验机测定了磨砂中所用微粒的抗压强度和断口形貌差异。表2中列出进行压缩试验的条件。将颗粒试样分散在下压板上，以恒定速率 7.75mN/S 向试样施加高达196mN的载荷，如图2所示。

表 2. 试验条件（压缩加载条件）

样品	A	B	C
测试模式	压缩试验	压缩试验	压缩试验
压头（金刚石平压头）	直径50μm	直径500μm	直径50μm
最大试验力 (mN)	196	196	196
加载速率 (mN/s)	7.75	7.75	7.75



图 1. MCT-W500 微小压试验机

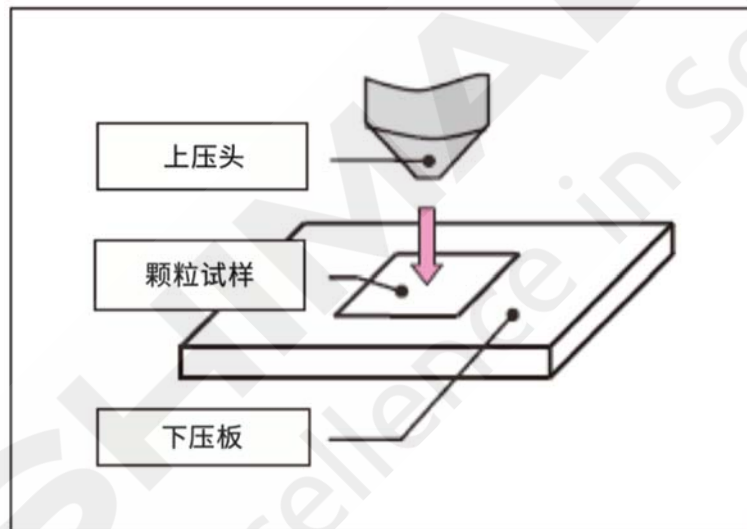


图2. 压缩测试概念图

### 3. 结果

表3列出了测试、计算数据以及计算方法。图3显示了颗粒压缩试验的载荷-位移曲线。

表 3. 试验结果

试样	试验力 (mN)	压缩位移 ( $\mu\text{m}$ )	抗压强度 (MPa)
A	5.911	4.087	3.352
B	22.531	17.358	0.727
C	50.188	7.225	13.295

参考抗压强度 $\sigma_{10\%}$ 计算公式如下:

$$\sigma_{10\%} = \frac{2.8P}{\pi \times d^2}$$

$\sigma_{10\%}$ : 参考抗压强度, 单位为MPa;

P: 压溃力, 单位为mN;

d: 颗粒粒径, 单位为 $\mu\text{m}$ , 通过显微镜测长装置测得。

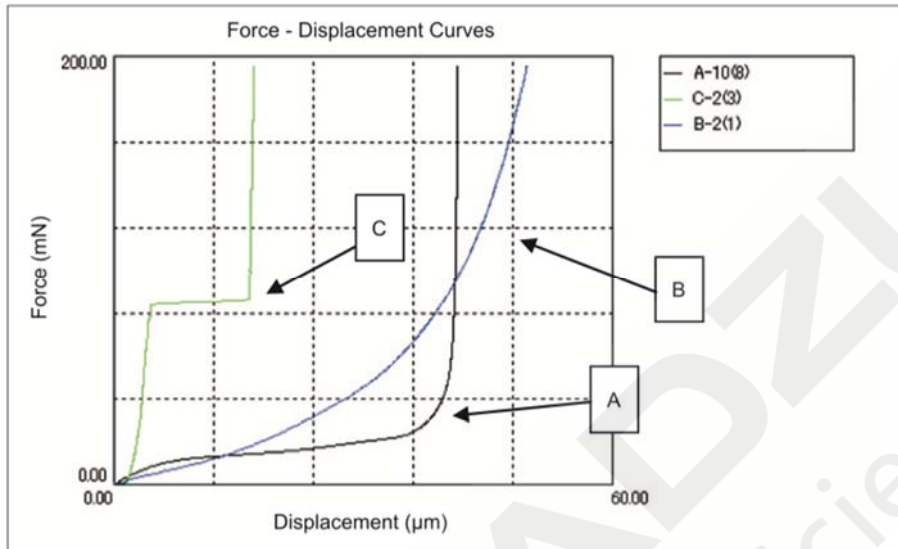


图 3 载荷 - 位移曲线

#### 4. 结论

综上所述, 使用MCT-W500 微小压缩试验机, 在对洁肤霜等去角质化妆品中颗粒物的压缩测试, 可以获取比较全面稳定的压缩力学性能数据, 力学曲线, 这对于化工行业产品开发与质量控制非常重要, 岛津MCT超微小压缩试验机可广泛应用于类似产品的测试、研究。

# 微小压缩试验机对制动摩擦材料的压缩试验

**摘要：**本文介绍了用岛津MCT-W500型超微小压缩试验机对汽车制动器材料进行压缩试验的例子，测量压缩试验力与位移之间的关系，对该材料进行性能评估。

**关键词：**微小压缩试验机 制动摩擦材料 压缩试验

安装在汽车上的摩擦制动器对于汽车行驶安全来讲是必不可少的，摩擦制动器的工作原理一般是通过两个固体物体之间产生的摩擦来进行制动的。目前，对于制动摩擦材料的改良研发仍在继续，对于提高制动材料的综合性能是汽车领域一项重要研究。

本试验通过使用岛津的 MCT-W500 型微小压缩试验机，配合500um直径的平面压头对摩擦制动材料（有缺陷与无缺陷样品）进行压缩试验，通过测试其压缩力与压入位移的关系对其性能进行对比评估。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 MCT-W500 微小压缩试验机，如图 1 所示。

### 1.2 分析条件

试验类型：压缩试验。

配置压头：金刚石制，直径 500 $\mu$ m 的平面压头

最大加载力：4903mN

最大加载速度：207.411 mN/sec

## 2. 试验介绍

本试验中使用的试验机为岛津MCT-W500微小压缩试验机，如图1左所示，可以在高精度下对微试样施加较小的力载荷。加载过程中的力和位移由内置传感器测量。此试验使用500um平面压头对试验样品进行加载(如图1右所示)。试验所用的样品分两种，样品1为无缺陷部分，样品2为缺陷部分，其厚度均为0.5mm。图 2 显示了加载过程中力与位移之间的关系，表1统计了实验过程中在近乎相等的力值情况下，有缺陷的部分样品压缩位移比较没有缺陷的部分大。

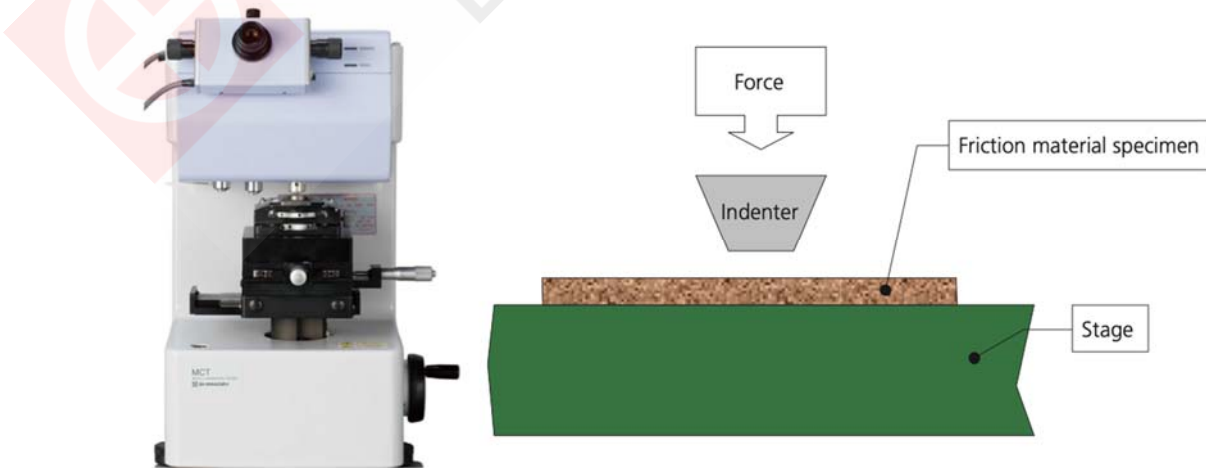


图1. 试验机器与试验原理示意图

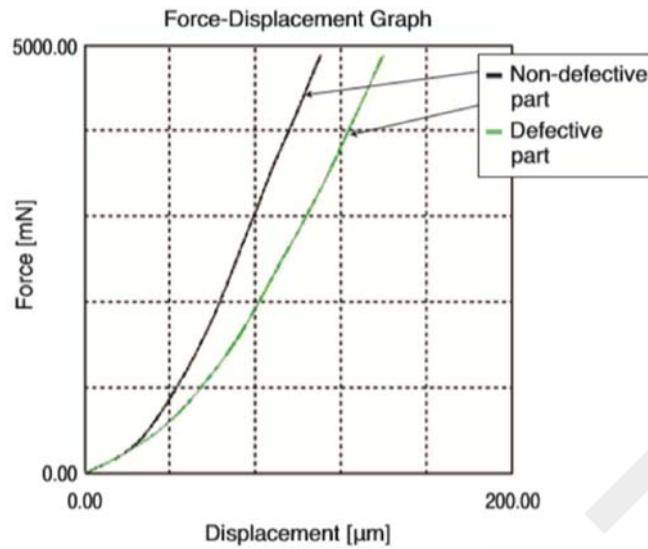


图 2. 试验力与位移曲线

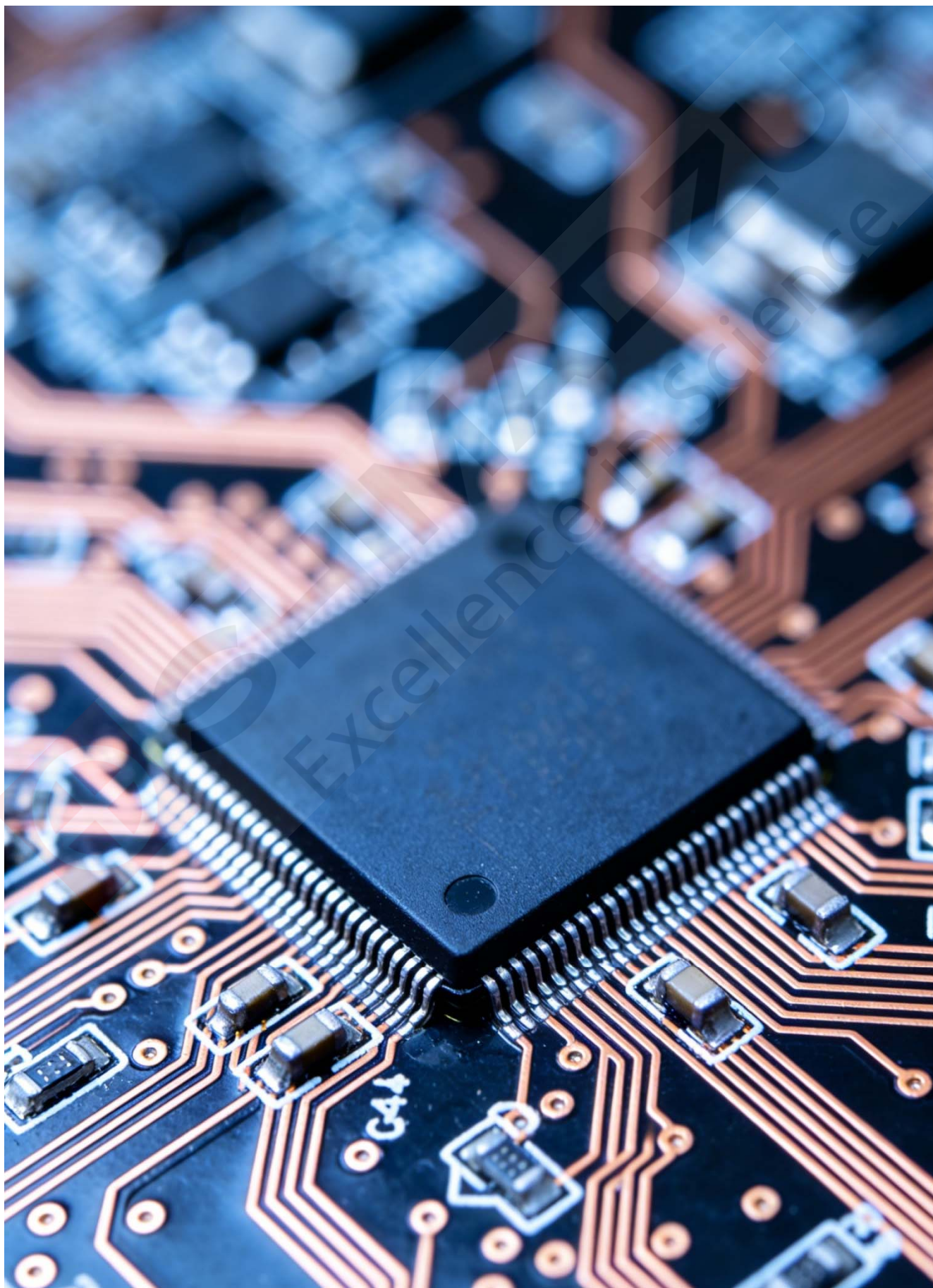
表1. 各样品试验结果

编号No	试验力 (mN)	压缩位移 (μm)
样品1 (无缺陷)	4898.2	110.883
样品2 (有缺陷)	4891.9	140.137

### 3. 结论

岛津 MCT-W500 型超微小压缩试验机能够获得高精度的微压试验性能数据，因为它能够精确的进行位移测量，而没有夹具、力传感器或其他部件的挠曲引起的位移误差。它也非常适用于评估其它样品（尤其是小样品）的力学特性。

## 第 4 章 DUH 动态超显微硬度计测试应用方案



# 玻璃纤维单丝弹性模量测试

**摘要:** 本文介绍了参考《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》测试标准,使用岛津DUH-211S动态超显微硬度计对直径约为17 $\mu\text{m}$ 的玻璃纤维单丝进行压入测试。试验结果表明,对测试材料进行加载-卸载压入试验得到的试验力-压入深度数据中可得出许多材料参数,DUH-211S动态超显微硬度计可以轻松对玻璃纤维单丝的压入弹性模量进行高精度评价。

**关键词:** DUH-211S 玻璃纤维单丝 弹性模量

玻璃纤维是一种性能优良的无机非金属材料。英文名:glassfiber或fiberglass。其成分有二氧化硅、氧化铝、氧化钙、氧化硼、氧化镁、氧化钠等。它是以玻璃球或废玻璃为原料,经过高温熔融、络纱、织布等工艺制造形成。玻璃纤维单丝的直径从几微米到20多微米,相当于一根头发的1/20-1/5,每束纤维长丝有数百甚至数千根单丝组成,通常作为复合材料在增强材料、电绝缘材料和保温材料、线路板等方面,广泛应用于如光能和光伏、航空航天、汽车、电子电器、化工、基础设施等国民经济的各个领域。

对于玻璃纤维单丝其直径和性能不同,直接会影响到纤维的生产工艺、产品和质量。本文研究中,参考《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》测试标准,使用岛津DUH-211S动态超显微硬度计对直径约为17 $\mu\text{m}$ 的玻璃纤维单丝进行压入试验,测试3种不同工艺成形的单丝弹性模量以便更好地评估其力学性能。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-W500 微小压缩试验机

### 1.2 分析条件

试验类型: 压缩试验

试验力范围: 0.1~1961mN

试验力精度:  $\pm 19.6\mu\text{N}$  或显示试验力的 $\pm 1\%$

位移测量范围: 0~10 $\mu\text{m}$

位移测量精度: 0.0001 $\mu\text{m}$

显微镜放大倍率: X500 (X50倍物镜)

## 2. 试验介绍

本文根据《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》标准进行测试。通过玻氏115°正三角锥压头对测试材料进行加载-卸载压入试验得到的试验力-压入深度数据中可求出多种材料参数,比如马氏硬度HM、压入硬度 $H_{it}$ 、压入弹性模量 $E_{it}$ 、压入蠕变率 $C_{it}$ 、压入松弛率 $R_{it}$ 、压入功弹性部分 $n_{it}$ 、根据压入硬度 $H_{it}$ 转换得出的维氏硬度HV。接下来介绍压入弹性模量 $E_{it}$ 的测定方法。图1为DUH-211S动态超显微硬度计和压入试验过程示意图。图2为压头压入材料的横截面示意图。表1为样品信息,表2为试验条件。

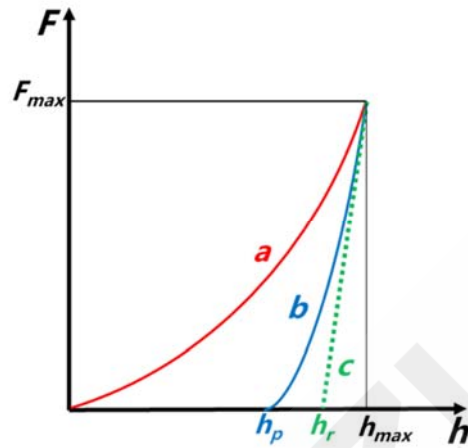


图1. DUH-211S动态超显微硬度计和压入试验过程示意图

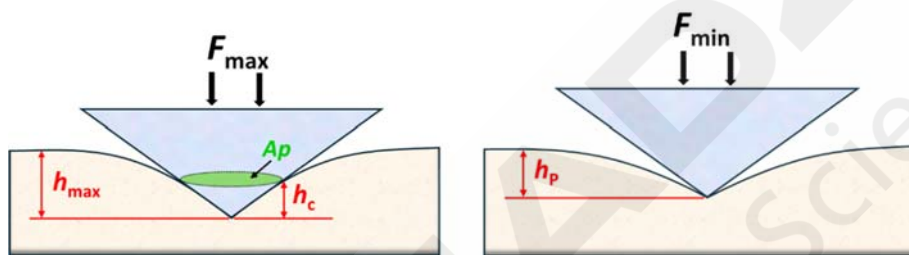


图2. 压头压入材料的横截面示意图。

其中：

$F_{max}$ ：最大试验力；  $F_{min}$ ：最小试验力；

曲线 a：试验力加载曲线；曲线 b：试验力卸载曲线；曲线 c：曲线b在 $F_{max}$ 的切线；

$h_{max}$ ：最大试验力下的最大压入深度；

$h_r$ ：曲线b的最大试验力处的切线c与压入深度坐标轴的交点

$h_c$ ：最大试验力下压头与试样的接触压入深度；

$h_p$ ：卸载试验力后残余压入深度；

$A_p$ ：从压头顶端到 $h_c$ 处的压头接触投影面积；

$$A_p = 23.96 \times h_c^2$$

$H_{it}$ ：压入硬度，

$$H_{it} = F_{max} / A_p$$

$E_{it}$ ：压痕模量（材料杨氏模量）

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1 - \nu^2}{E_{it}} + \frac{1 - \nu_i^2}{E_i}$$

$E_r$ ：根据压痕接触情况转换弹性模量；

$C_s$ ：接触柔度,试验力卸载曲线b在最大试验力处 $dh/dF$  的值；

$$\frac{1}{C_s} = \frac{dF}{dh} = \frac{2 \times E_r \times \sqrt{A_p}}{\sqrt{\pi}}$$

$v_i$ : 压头泊松比 (0.07);  
 $E_i$ : 压头杨氏模量 (1140Gpa);  
 $V$ : 试样泊松比;

表1. 样品信息

样品名称	样品尺寸
玻璃纤维单丝A、B、C	直径约为17 $\mu$ m

表2. 试验条件

参数	参数设定
试验模式	加载-卸载测试
仪器	DUH-211S动态超显微硬度计
压头	玻氏115°正三角锥压头 (金刚石)
最大试验力 (mN)	15
最小试验力 (mN)	0.1
加载最大力保持时间 (s)	20
卸载最小力保持时间 (s)	20
加载速度 (mN/s)	1.4632

### 3. 试验结果

图3为直径17 $\mu$ m的玻璃纤维单丝压入试验前后图。表3为A、B、C三种玻璃纤维单丝压入试验结果平均值。图4为A、B、C三种玻璃纤维单丝压入载荷-压入深度曲线图。图5为A、B、C三种玻璃纤维单丝压入硬度 $H_{it}$ 和压入模量 $E_{it}$ 结果对比柱形图,可以明显看出,C工艺成形单丝相较于A、B工艺成形单丝的 $H_{it}$ 和 $E_{it}$ 最大,分别为5.08GPa和57.14GPa。

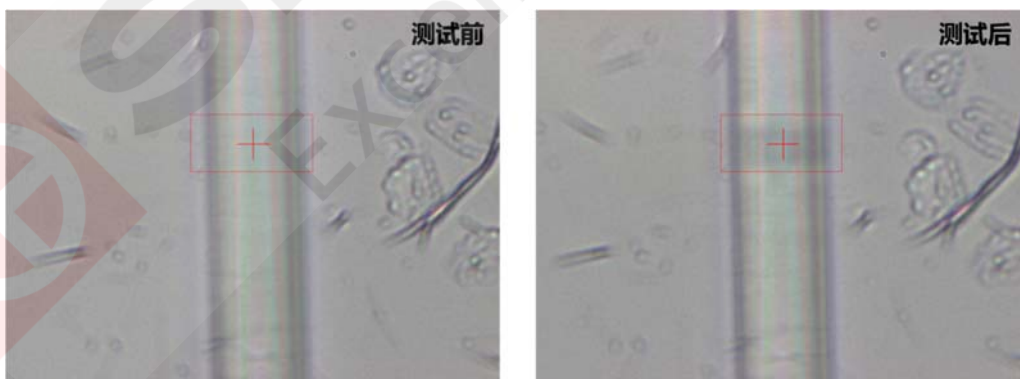


图3. 玻璃纤维单丝压入试验前后图

表3. 试验结果

序号	$F_{max}$ (mN)	$F_{min}$ (mN)	$h_p$ ( $\mu$ m)	$h_r$ ( $\mu$ m)	$H_{it}$ (GPa)	$E_{it}$ (GPa)
A	15.18	1.1157	0.6076	0.9517	0.56	15.85
B	15.21	0.7242	0.4510	0.5516	1.47	24.63
C	15.10	0.4196	0.2114	0.2771	5.08	57.14

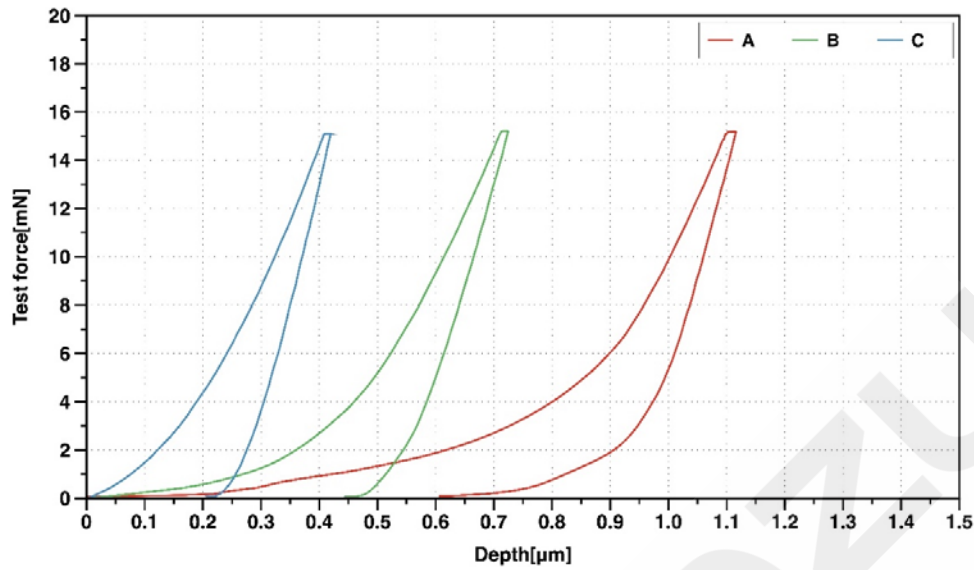


图4. 载荷-压入深度曲线图

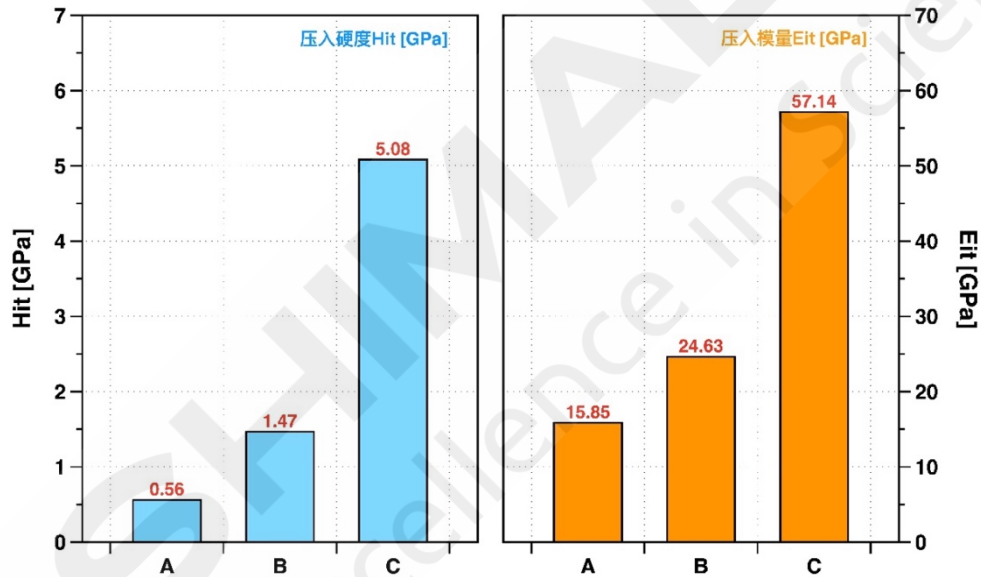


图5. 压入硬度 Hit 和压入模量 Eit 结果对比柱形图

#### 4. 结论

综上所述，参考《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》测试标准，使用岛津DUH-211S动态超显微硬度计对直径约为 $17\mu\text{m}$ 的玻璃纤维单丝进行压入测试，可以轻松对不同工艺成形的微米级纤维单丝进行压入弹性模量高精度评价以便更好地评估其力学性能，从而可以为纤维的生产工艺、质量控制，产品应用提供更好地指导。

# 可吸收性外科缝线硬度测试

**摘要：**本文介绍了参考《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》测试标准，使用岛津DUH-211S动态超显微硬度计，对直径约为0.60mm的可吸收性外科缝线进行压入测试。试验结果表明，对测试材料进行预设深度加载-卸载压入试验可以精确地对其压入硬度进行评价，获取稳定可靠的硬度值。

**关键词：**DUH-211S 可吸收性外科缝线 硬度

手术缝线是指在外科手术中或外伤处置当中，用于结扎止血、缝合止血以及组织缝合的特殊线。用于组织缝合时，可以保证伤口闭合，支持愈合，降低感染。手术缝线又分为可吸收性缝线和不可吸收缝线。可吸收性外科缝线是一种在人体内可被逐渐降解吸收的缝合材料。目前，可吸收性外科缝线的使用占比在75%以上。

可吸收外科缝线其核心特点是生物相容性和可控降解性，使得其具有免除拆线，提升患者体验、降低感染与并发症风险、减少异物反应、适配动态愈合环境、功能化扩展潜力等特点。除了具有的很多优点外，其还具有物理和力学性能等一些局限性。力学性能中，包括抗拉强度、硬度、弹性模量等数值都需要进行常规测量。例如，硬度是指材料抵抗局部塑性变形（如压痕或划痕）的能力，硬度的指标也在一定程度上反应材料的强度。所以对于不同材质及生产工艺的可吸收性外科缝线评估其硬度值非常重要，为不断使其更好地在临床研究、选择及使用提供可靠的量化依据。

本文中，参考《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》测试标准，使用岛津DUH-211S动态超显微硬度计对直径约为0.60mm带有倒刺的可吸收性外科缝线进行压入试验，测试其硬度值。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-W500 微小压缩试验机

### 1.2 分析条件

试验类型：压缩试验

试验力范围：0.1~1961mN

试验力精度：±19.6μN 或显示试验力的±1%

位移测量范围：0~10μm

位移测量精度：0.0001μm

显微镜放大倍率：X500（X50倍物镜）

## 2. 试验介绍

本文根据《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》标准进行测试。通过玻氏115°正三角锥压头对测试材料进行加载-卸载压入试验得到的试验力-压入深度数据中可求出多种材料参数，比如压入硬度 $H_{it}$ 、弹性模量 $E_{it}$ 等数据。

接下来介绍压入硬度 $H_{it}$ 的测定方法，压入硬度 $H_{it}$ 表征材料抵抗永久变形或损伤的能力。图1为DUH-211S动态超显微硬度计和可吸收外科缝线样品。图2为压头压入材料的横截面示意图。表1为样品信息，表2为试验条件。



图1. DUH-211S动态超显微硬度计和可吸收外科缝线样品

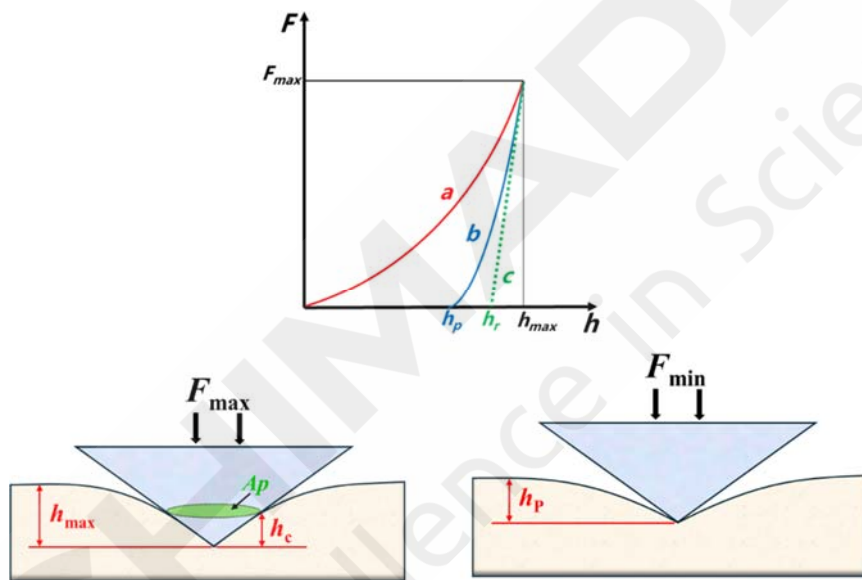


图2. 压头压入材料的横截面示意图

本次测试为预设 $8\mu\text{m}$ 压入深度加载-卸载模式。将外科缝线置于样品台上固定，通过物镜选取样品测试位置，然后开始试验。压头接触样品表面以 $6.6620\text{mN/S}$ 的速度压入样品深度 $8\mu\text{m}$ ，并在该位置下试验力下保持 $5\text{S}$ ；加载保持时间完成后，卸载试验力至 $1.96\text{mN}$ ，并在该试验力下保持 $5\text{s}$ ，测试结束。根据压入试验过程中得到的试验力-压入深度曲线中的最大试验力 $F_{\text{max}}$ 和压头与试样间接触投影(横截面)面积 $A_p$ ，即可计算压入硬度 $H_{\text{it}}$ ，计算过程如下。

其中：

$F_{\text{max}}$ ：最大试验力；  $F_{\text{min}}$ ：最小试验力；

曲线 a：试验力加载曲线；曲线 b：试验力卸载曲线；曲线 c：曲线b在 $F_{\text{max}}$ 的切线；

$h_{\text{max}}$ ：最大试验力下的最大压入深度；

$h_r$ ：曲线b的最大试验力处的切线c与压入深度坐标轴的交点

$h_c$ ：最大试验力下压头与试样的接触压入深度；

$$h_c = h_{\max} - 0.75(h_{\max} - h_r)$$

$h_p$ : 卸载试验力后残余压入深度;

$A_p$ : 从压头顶端到 $h_c$ 处的压头接触投影面积;

$$A_p = 23.96 \times h_c^2$$

$H_{it}$ : 压入硬度,

$$H_{it} = F_{\max} / A_p$$

表1. 样品信息

样品名称	样品尺寸
可吸收性外科缝线	直径约为0.60mm

表2. 试验条件

参数	参数设定
试验模式	预设压入深度加载-卸载测试
仪器	DUH-211S动态超显微硬度计
压头	玻氏115°正三角锥压头 (金刚石)
预设深度 ( $\mu\text{m}$ )	8
最小试验力 (mN)	1.96
加载最大力保持时间 (s)	5
卸载最小力保持时间 (s)	5
加载速度 (mN/s)	6.6620

### 3. 试验结果

本文根据《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》标准进行测试。通过玻氏115°正三角锥压头对测试材料进行加载-卸载压入试验得到的试验力-压入深度数据中可求出多种材料参数, 比如压入硬度 $H_{it}$ 、弹性模量 $E_{it}$ 等数据。

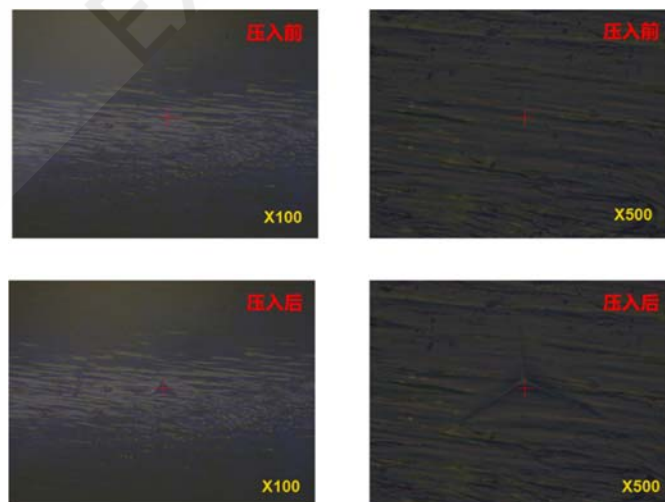


图3. 玻璃纤维单丝压入试验前后图

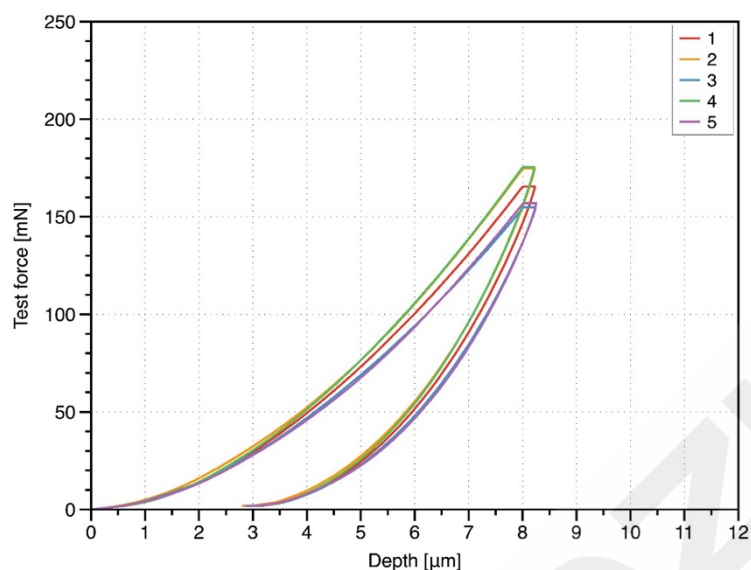


图 4. 载荷-深度曲线图

表 3. 试验结果

序号	$F_{max}$ (mN)	$h_{max}$ ( $\mu\text{m}$ )	$h_p$ ( $\mu\text{m}$ )	$h_r$ ( $\mu\text{m}$ )	$H_{it}$ (MPa)
1	165.47	8.2236	2.9222	5.7782	165
2	174.84	8.2755	2.7989	5.7857	174
3	154.85	8.2210	2.8811	5.7763	155
4	175.44	8.2555	2.9133	5.8019	174
5	175.44	8.2368	2.9133	5.8019	152
平均值	165.52	8.2289	2.8739	5.8108	164

#### 4. 结论

综上所述,参考《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》测试标准,使用将精度和易用性提升到新水平的岛津 DUH-211S 动态超显微硬度计,对直径约为 0.60mm 的可吸收性外科缝线进行压入测试,可以精确地对其压入硬度进行评价,获取稳定可靠的硬度值,从而为可吸收性外科缝线在临床研究、选择及使用提供可靠的量化依据。

# LCD 彩膜玻璃基板硬度及弹性模量测试

**摘要：**本文基于《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》标准，使用具备高精度和易用性的岛津DUH-211S动态超显微硬度计，对厚度约为0.40mm的LCD彩膜玻璃基板进行了仪器化压入测试。通过加载-卸载试验，获取了材料的载荷-压入深度曲线，精确评价了其压入硬度与弹性模量。测试结果稳定性好、重复性高，表明该方法能有效适用于该类玻璃基板的力学性能表征，为产品质量控制与工艺改进提供了可靠的数据支持。

**关键词：**DUH-211S LCD彩膜玻璃基板 硬度 弹性模量

智能手机已成为现代社会不可或缺的个人终端，其显示屏作为人机交互的核心界面，性能优劣直接影响用户体验。液晶显示器（LCD）仍凭借其技术成熟、成本可控和寿命长等优势，在中端及入门级手机市场中保持重要地位。随着LCD技术的持续进步，对其核心组件的性能要求也日益提高。其中，玻璃彩膜基板作为实现彩色显示的关键部件，其综合性能，特别是力学可靠性，对提升屏幕整体品质具有至关重要的作用。

玻璃彩膜基板是在无碱硼铝硅酸盐玻璃基板上，通过光刻等工艺制作黑色矩阵、彩色滤光层、保护层及ITO电极的复杂组件。其功能是将背光白光过滤为红、绿、蓝三原色，再经液晶调制形成彩色图像，因此其光学性能和几何精度直接决定显示色彩的准确性与画面的清晰度。

除了光学性能，彩膜基板的力学性能同样关键。在制造过程中，基板经历切割、搬运和贴合等多道工序，面临机械应力和摩擦；在使用中，则需抵抗刮擦、挤压和跌落冲击。因此，研究其硬度与弹性模量具有重要实际意义。

硬度直接影响基板抗刮擦能力，高硬度可保障良品率和耐久性。弹性模量则反映材料刚度，高模量能有效抑制加工和使用中的形变，确保层间对位精度和抗冲击性能。此外，面对手机轻薄化、柔性化趋势，精确测量力学参数也为新材料开发与结构优化提供关键依据，推动显示技术持续发展。

综上，系统研究玻璃彩膜基板的力学性能，对提升制造水平、保障产品可靠性及促进技术发展具有重要价值。

## 1. 实验部分

### 1.1 仪器

MCT-W500 微小压缩试验机

### 1.2 分析条件

试验类型：压缩试验

试验力范围：0.1~1961mN

试验力精度：±19.6μN 或显示试验力的±1%

位移测量范围：0~10μm

位移测量精度：0.0001μm

显微镜放大倍率：X500（X50倍物镜）

## 2. 试验介绍

本研究的仪器化压入试验遵循《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料 硬度和材料参数的仪器化压入试验》标准。试验核心是采用玻氏（Berkovich）正三角锥压头（顶角115°）对样品进行加载-卸载压入测试，通过分析获得的载荷-压入深度曲线，可计算出多项材料力学参数，包括：马氏硬度（HM）、

压入硬度 (Hit)、压入弹性模量 (Eit)、压入蠕变率 (Cit)、压入松弛率 (Rit)、压入功弹性分量 (ηit) 以及由Hit换算得到的维氏硬度 (HV)。图1为DUH-211S动态超显微硬度计和压入试验过程示意图。图2为压头压入材料的横截面示意图。表1与表2分别为样品信息和试验条件。

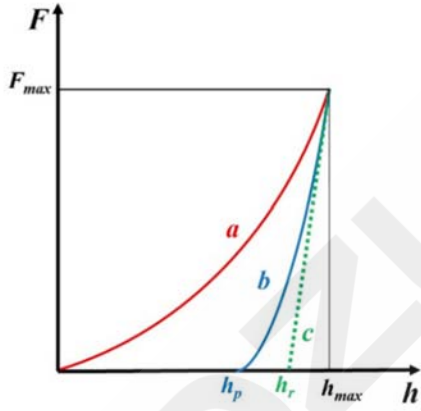


图1. DUH-211S动态超显微硬度计和压入试验过程示意图

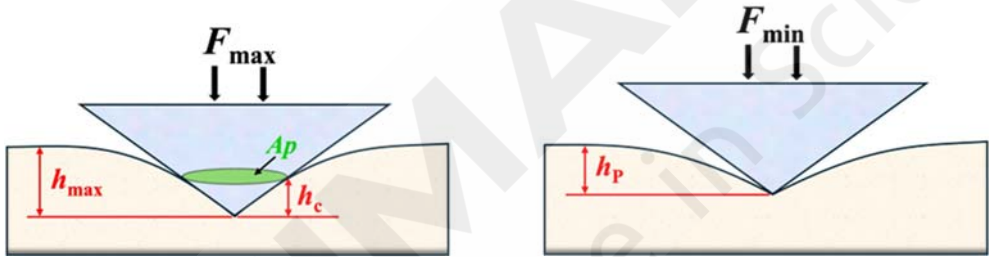


图2. 压头压入材料的横截面示意图。

其中：

Fmax：最大试验力； Fmin：最小试验力；

曲线 a：试验力加载曲线；曲线 b：试验力卸载曲线；曲线 c：曲线b在Fmax的切线；

hmax：最大试验力下的最大压入深度；

hr：曲线b的最大试验力处的切线c与压入深度坐标轴的交点

hc：最大试验力下压头与试样的接触压入深度；

$$hc = h_{max} - 0.75(h_{max} - h_r)$$

hp：卸载试验力后残余压入深度；

Ap：从压头顶端到hc处的压头接触投影面积；

$$A_p = 23.96 \times h_c^2$$

Hit：压入硬度，

$$Hit = F_{max} / A_p$$

Eit：压入模量（材料杨氏模量）

$$\frac{1}{E_r} = \frac{1-V^2}{E_{it}} + \frac{1-V_i^2}{E_i}$$

Er: 根据压痕接触情况转换弹性模量;

Cs: 接触柔度, 试验力卸载曲线b在最大试验力处dh/dF 的值

$$\frac{1}{C_s} = \frac{dF}{dh} = \frac{2 \times E_r \times \sqrt{A_p}}{\sqrt{\pi}}$$

Vi: 压头泊松比 (0.07);

Ei: 压头杨氏模量 (1140Gpa);

V: 试样泊松比 (0.3)

表1. 样品信息

样品名称	厚度 (mm)
LCD彩膜玻璃基板	0.4

表2. 试验条件

参数	参数设定
仪器	DUH-211S动态超显微硬度计
试验模式	加载-卸载测试
压头	玻氏115°正三角锥压头 (金刚石)
预设试验力 (mN)	100
最小试验力 (mN)	0.196
加载最大力保持时间 (s)	10
卸载最小力保持时间 (s)	10
加载速度 (mN/s)	1.6655

### 3. 试验结果

图3为LCD彩膜玻璃基板在压痕测试前后的对照图像, 可见测试后在样品表面留下了清晰的压痕。表3为对应的测试结果, 6个有效数据点的压入硬度 $H_{it}$ 和弹性模量 $E_{it}$ 的平均值分别为663 MPa和18.52 GPa。图4与图5为载荷-深度曲线与深度-时间曲。

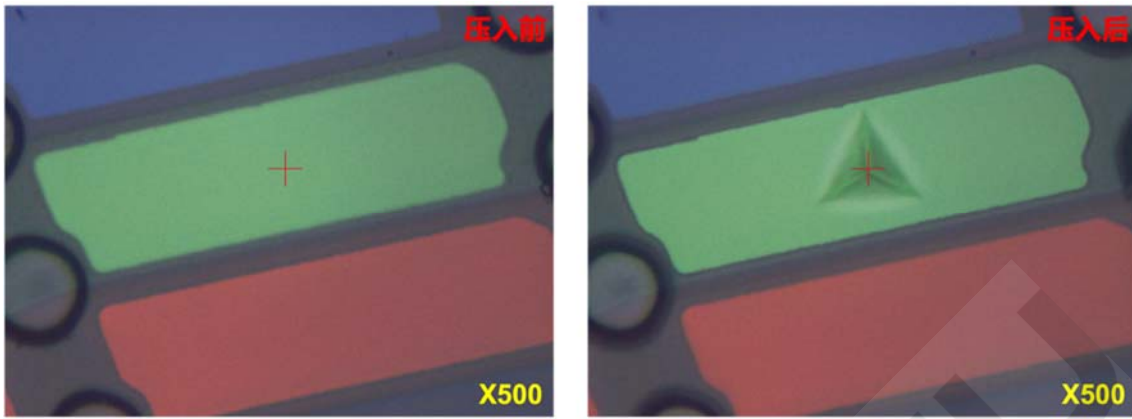


图3. 玻璃纤维单丝压入试验前后图

表3. 试验结果

序号	$F_{max}$ (mN)	$h_{max}$ ( $\mu\text{m}$ )	$h_p$ ( $\mu\text{m}$ )	$h_r$ ( $\mu\text{m}$ )	$H_{it}$ (MPa)	$E_{it}$ (GPa)
1	100.18	2.7157	1.4282	2.3327	668	17.12
2	100.25	2.7306	1.5592	2.3927	643	18.81
3	100.18	2.6656	1.4134	2.3276	677	19.51
4	100.25	2.7340	1.4924	2.3836	646	18.19
5	100.16	2.6995	1.4273	2.3355	669	18.00
6	100.16	2.6707	1.4749	2.3341	673	19.51
平均值	100.20	2.7027	1.4659	2.3510	663	18.52

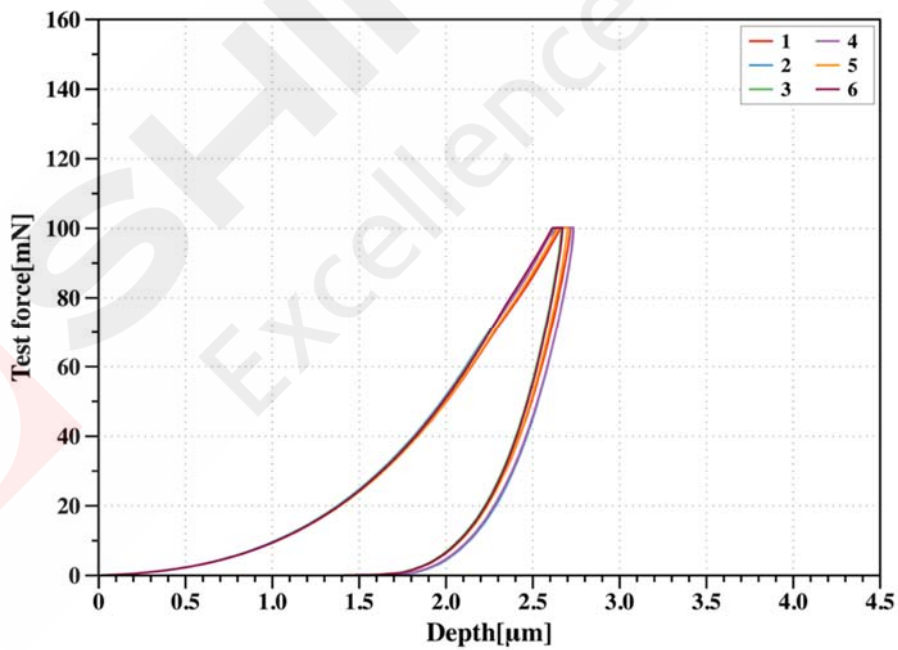


图4. 载荷-深度曲线图

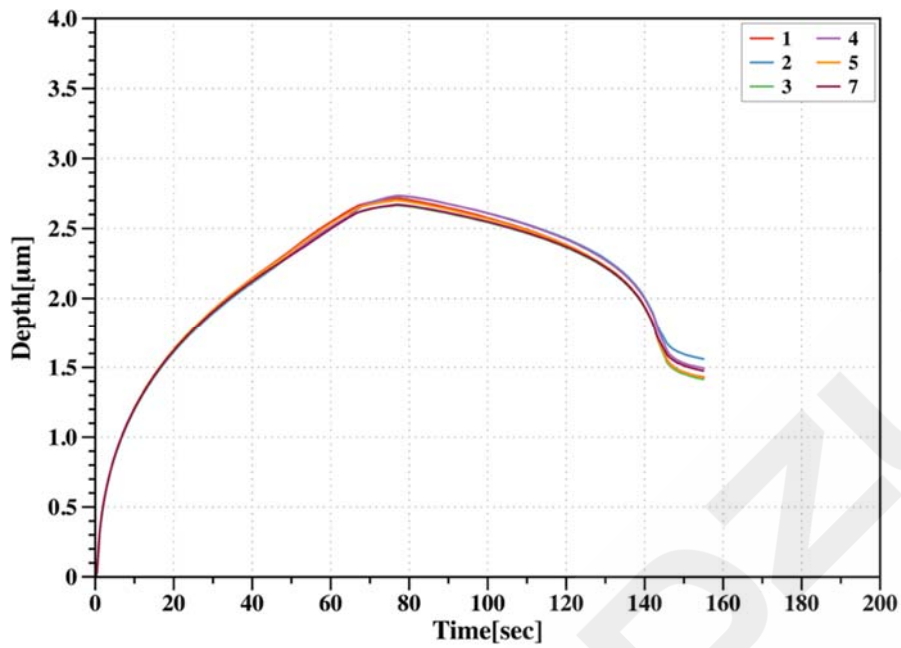


图 5. 深度-时间曲线图

#### 4. 结论

综上所述，本文基于《GB/T 21838.1—2019/ISO 14577-1:2015 金属材料硬度和材料参数的仪器化压入试验》标准，使用具备高精度和易用性的岛津DUH-211S动态超显微硬度计，对厚度约0.40mm的LCD彩膜玻璃基板完成了仪器化压入测试。试验获得的载荷-压入深度曲线清晰可靠，据此精确计算出的压入硬度和弹性模量结果表现出良好的稳定性和重复性。这表明，本研究建立的方法能有效表征该类玻璃基板的力学性能，为其质量控制与工艺优化提供了可靠的数据支持。

# 塑料材料硬度测试

## 1. 简介

近年来，塑料材料被广泛应用于各个领域的各种产品中，不仅包括保险杠等汽车零部件，还包括日用品、包装、体育用品和医疗材料。塑料的一个重要特点是可以生产硬度范围广泛的产品，从软质材料到硬质产品（如机械零件）。硬度测试在质量控制和研发方面都非常有效和关键，因为它可以简单方便地测量塑料材料的力学性能和物理性能。

另一方面，在塑料的洛氏硬度测试中会出现以下问题。由于受力较大，无法对小试样和薄膜试样进行准确测量，当厚度小于 6 mm 时，会根据材料的不同而使用不同的刻度，因此无法通过硬度数值进行简单比较。

为解决这些问题，2019 年发布了 ISO/TS19278，作为测量塑料压痕硬度的技术标准。由于对试样的施加试验力很小，因此即使是小试样和薄膜试样也能进行硬度测试，而且无论材料类型如何，都能用相同的刻度来评估硬度。本文介绍了岛津 DUH™-210 动态超显微硬度计使用代表性塑料材料进行的符合上述标准（ISO/TS 19278:2019）的硬度测试。

## 2. 标准介绍

根据 ISO/TS 19278:2019 标准，必须使用符合 ISO 14577-1（金属材料-硬度和材料参数的仪器压痕测试-第 1 部分：测试方法）的硬度计。这是一款硬度测试仪，可实时测量力和压痕深度，并能评估试样的表面特性。压痕硬度是根据使用该仪器进行一次加载/卸载过程的结果计算得出的。如图 1 所示，在此时的力和压痕深度图中，根据最大深度和卸载开始时的切线计算出接触深度，并将力  $F_{max}$  除以根据该接触深度计算出的投影面积  $A_p$  所得的值定义为压痕硬度  $H_{it}$ 。表 1 列出了 ISO/TS 19278 的主要测试条件。

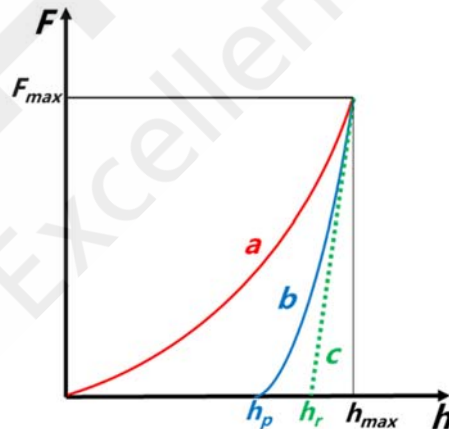


图 1. 试验力-压入深度曲线

其中：

$F_{max}$ ：最大试验力；  $F_{min}$ ：最小试验力；

曲线 a：试验力加载曲线；曲线 b：试验力卸载曲线；曲线 c：曲线 b 在  $F_{max}$  的切线；

$h_{max}$ ：最大试验力下的最大压入深度；

$h_r$ ：曲线 b 的最大试验力处的切线 c 与压入深度坐标轴的交点

$h_c$ ：最大试验力下压头与试样的接触压入深度；

$$h_c = h_{\max} - 0.75(h_{\max} - h_r)$$

$h_p$ : 卸载试验力后残余压入深度;

$A_p$ : 从压头顶端到 $h_c$ 处的压头接触投影面积;

$$A_p = 23.96 \times h_c^2$$

$H_{it}$ : 压入硬度,

$$H_{it} = F_{\max} / A_p$$

### 3. 样品和检测条件

表 2 列出了测量中使用的试样信息。选择 PP、HDPE、ABS/PMMA 和 PS 作为代表性塑料。表 3 显示了测试条件，图 2 显示了用于塑料的 DUH-210 动态超显微硬度计的外观。

表1. 样品信息

样品名称	PP、HDPE、ABS/PMMA、PS
几何样本	矩形固体 20mm×10mm×3

表2. 试验条件

参数	参数设定
试验模式	预设压入深度加载-卸载测试
仪器	DUH-211S动态超显微硬度计
温度 (°C)	23±2
湿度 (%)	50±10
压头	玻氏115°正三角锥压头 (金刚石)
试验力 (mN)	500
加载/卸载时间 (s)	30
保持时间 (s)	40
测试次数	5



图 2. DUH-210 动态超显微硬度计

#### 4. 试验结果

表 4 显示的是硬度测试结果（平均值），图 3 显示的是硬度测试结果（平均值）和误差范围，图 4 显示的是试验力-压入深度曲线。对于这些样品材料，在大约 500mN 的载荷下，压痕范围为 11.2  $\mu\text{m}$  至 23.5  $\mu\text{m}$ ，结果显示硬度值为 45.7 至 227.8。按硬度排序，结果显示最软的材料是 HDPE，最硬的是 PS，如下图所示。

**PS > ABS/PMMA > PP > HDPE**

样品	试验力 (mN)	压入深度 ( $\mu\text{m}$ )	压入硬度 $H_{it}$ ( $\text{N}/\text{mm}^2$ )	标准偏差
PP	502.3	16.4	103.1	1.59
HDPE	502.2	23.5	45.7	0.87
ABS/PMMA	502.1	12.1	193.8	8.74
PS	502.2	11.2	227.8	6.15

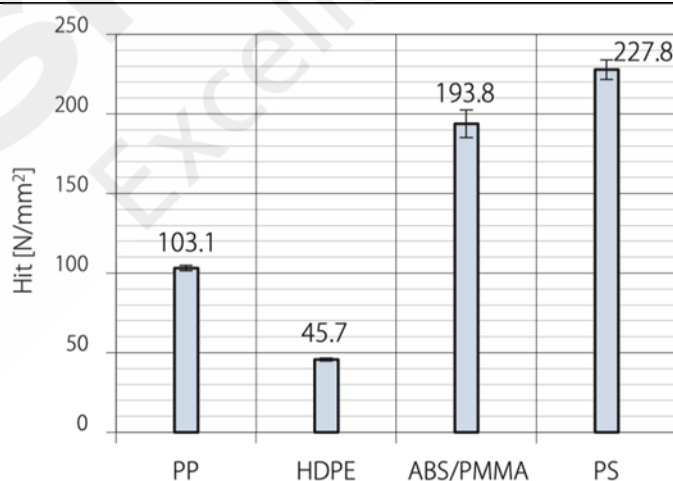


图 3. 硬度测试结果（平均值）

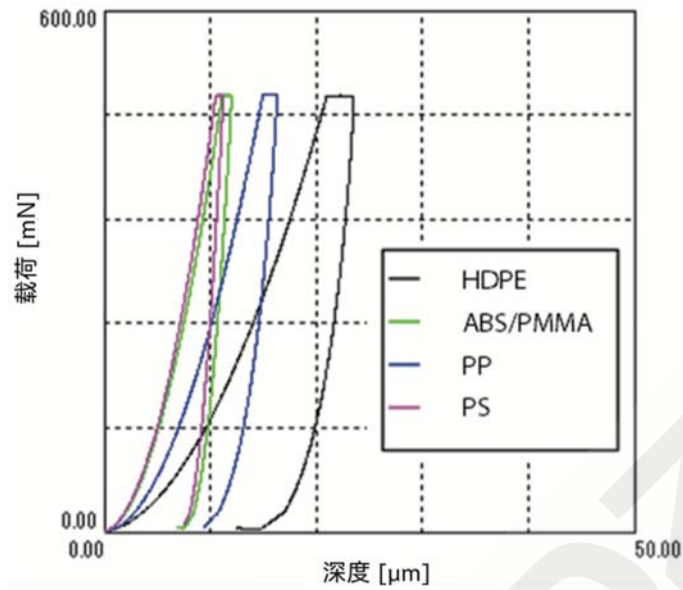


图 4. 试验力-压入深度曲线图

## 5. 结论

本文介绍了硬度测试的标准，这是一种简单易行的塑料材料力学性能和物理性能测量技术。本标准于 2019 年根据日本的提议，经与相关国家商议后制定，适用于从以下角度对塑料进行硬度评估。

- 与条件变化有关的工作不是必要的。
- 可以测量比传统技术更小的微型样本。
- 可测量厚度小于 6 mm 的试样，无需叠加。

根据上述特点，可以广泛应用于树脂的质量控制评估、产品研发中树脂材料的选择以及已研发材料的评估。实验中使用的塑料硬度分析仪（塑料动态超显微硬度计 DUH-210）可进行符合 ISO/TS 19278 标准的简单测量。

# 氧化锆颗粒硬度测试

## 1. 简介

压缩试验中的断裂强度通常用于评估各类工业原料等细颗粒的强度。然而，近年来，也出现了对于颗粒硬度评估技术的需求。作为一种测试方法，硬度评估的试样制备过程是将作为测量对象的细颗粒嵌入树脂中，然后对试样表面进行抛光。本文介绍了一个使用岛津 DUH™-211S 动态超显微硬度测试仪测量氧化锆粉末硬度的实例。氧化锆粉末凭借其高硬度的特性，如今已广泛应用于各类产品中，从牙科治疗材料开始，应用范围不断拓展。

## 2. 测试仪器与样品

本次实验所使用的测试设备为岛津 DUH-211S 动态超显微硬度测试仪（图 1 展示了典型系统的外观）。在评估中使用了两种不同粒径（100 $\mu\text{m}$  和 30 $\mu\text{m}$ ）的氧化锆粉末。样品的制备方法是将颗粒固定在嵌入树脂中，并对样品表面进行抛光处理。表 1 列出了测试中所使用的样品的详细信息。

表1. 样品信息

样品名称	氧化锆粉末	
样品编号	A	B
颗粒直径 ( $\mu\text{m}$ )	100	30
样品尺寸 (mm)	$\phi 25 \times 10$ 毫米 (嵌入树脂)	



图1. DUH-211S动态超显微硬度计

## 3. 测试条件

表 2 为样品硬度测试条件。加载采用的是带有 115 度尖角的金刚石三角形压头进行的。图 2 展示了加载方法的图像。

表2. 试验条件

参数	参数设定
仪器	DUH-211S动态超显微硬度计
试验模式	加载-卸载测试
压头	玻氏115°正三角锥压头（金刚石）
试验力 (mN)	49
实验速度 (mN/s)	2.685
保持时间 (s)	5

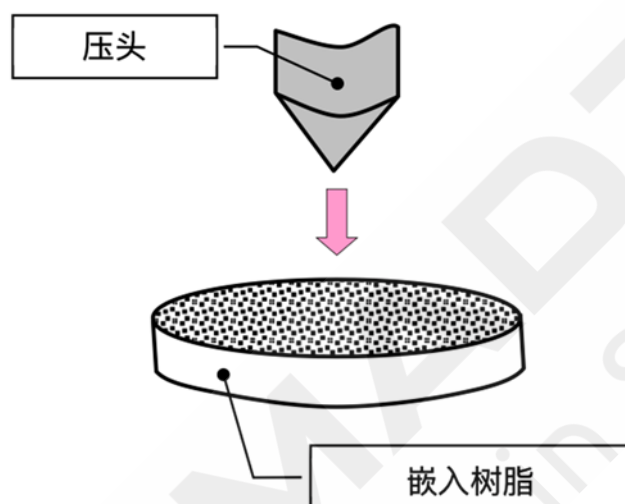


图2. 测试图像

#### 4. 测试结果

表 3 为氧化锆 A、B 两种样品测试结果。图 3 展示了在上一节所述条件下进行的载荷-卸载测试所得的硬度测量结果（为样本 A 和样本 B 的测量值的平均值）。图 4 则展示了代表性测量点的测试力-压痕深度曲线。图 5 展示了两个样本卸载后压痕的放大图像，这些图像是通过显微镜拍摄的。如果在细小颗粒分布松散且未固定的情况下使用尖头压头进行硬度测试，由于颗粒的散射，将无法进行准确测量。然而，正如本示例所描述的那样，即使在测试细小颗粒时，如果将颗粒嵌入树脂并进行抛光，也能够制备出具有光滑平整表面的样品。由于 DUH-2115 动态超显微硬度测试仪能够在以颗粒中心为目标的情况下，以极低的力形成压痕来测量硬度，因此它是测试细小颗粒的有效工具，正如本实验所展示的那样。

从测试结果可以看出，样品 A 的马氏体硬度 (HMT115) 以及转化后的维氏硬度 (HV\*) 均高于样品 B。

表3. 测试结果

样品编号	$F_{max}$ (mN)	$h_{max}$ ( $\mu\text{m}$ )	HMT <sub>115</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	HV*
A	49.37	0.543	5355.1	1155.4
B	49.40	0.742	2914.6	864.5

注释 1) 上述表格中所示的符号具有以下含义。

$F_{max}$ : 最大测试力

$h_{max}$ : 最大压痕深度

HMT<sub>115</sub>: 使用玻氏 115°正三角锥压头测得的马氏硬度

$$HMT_{115} = F_{\max} / (26.43 \times h_{\max}^2)$$

HMT115 是一个包含测试机刚度和压头面积函数修正 (Ap 修正) 以补偿压头尖端圆度影响的机器刚度校正 (Cf 校正) 值。

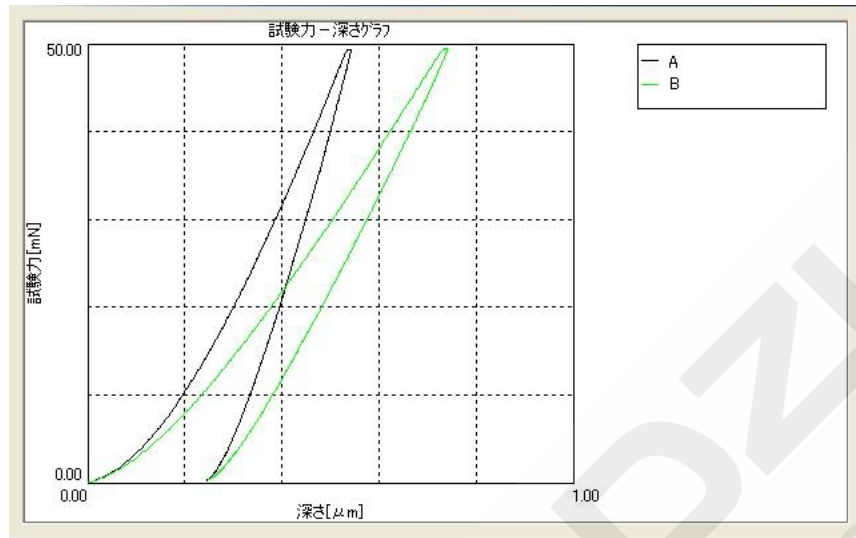
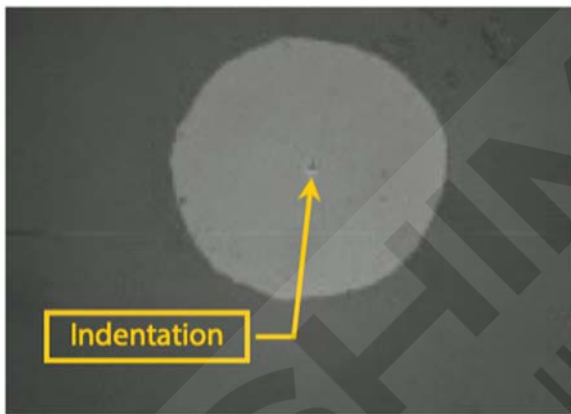
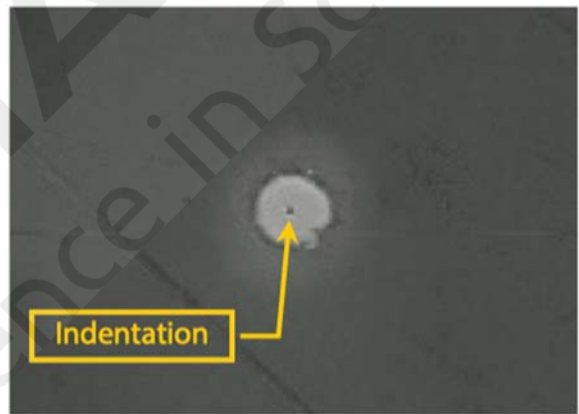


图 3. 试验力-压入深度曲线图



a. 样品 A (颗粒直径: 100 微米)



b. 样品 B (颗粒直径: 30 微米)

图 5. 显微测试图像

# 功能膜的硬度测量

## 1. 简介

功能性薄膜是通过诸如表面处理等工艺添加新功能/价值的薄膜。一些例子包括在基材薄膜上涂覆或进行气相沉积、多层加工形成类似层压的结构或印刷。功能性薄膜在电气/电子、汽车、能源生产领域、生命科学以及包装等众多领域都有应用。在智能手机、平板电脑、电脑的液晶屏幕、餐厅点餐系统和汽车导航设备的触摸面板等常见产品中都能找到这类薄膜。未来，功能性薄膜有望实现更高的附加值。

有必要评估功能性薄膜的物理特性，比如耐久性以承受使用以及成型时的柔韧性。迄今为止，一直采用铅笔硬度测试来评估功能性薄膜的抗划伤性。本文介绍了一个使用岛津 DUHT™-211 动态超微硬度计通过测量马氏硬度来评估功能性薄膜的实例。

## 2. 铅笔硬度与马氏体硬度

表 1 展示了 JIS K 5600-5-4:1999 (ISO/DIS 15184: 1996) 中规定的铅笔硬度测试程序的概要，图 1 展示了该测试的示意图。铅笔硬度定义为：在样本表面以至少 7 毫米的距离推拉其笔芯时不会造成划痕的最硬铅笔的硬度，并用符号如 H（硬）和 HB（硬且黑色）来表示。

表 1. 按照 JIS K 5600-5-4 标准进行铅笔硬度测试的流程概述

操作流程概要
<ul style="list-style-type: none"><li>• 将铅笔芯露出 5 到 6 毫米，并将铅笔芯的笔尖压平。</li><li>• 将铅笔芯与漆膜表面呈 45°角接触，并以 0.5 至 1 毫米/秒的速度水平推动铅笔芯，使其移动至少 7 毫米，施加的载荷为 750 克。</li><li>• 用肉眼检查油漆表面。</li><li>• 那种不会造成划痕的硬铅笔的硬度，就被定义为铅笔硬度。</li></ul>

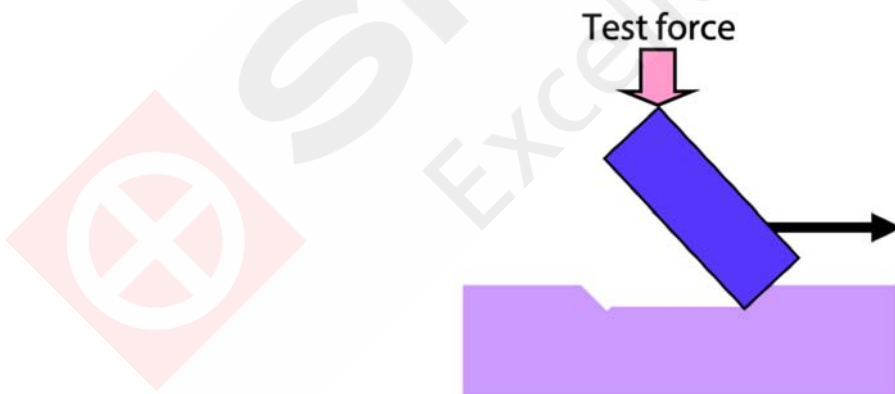


图 1. 铅笔硬度测试示意图

表 2. 按照 ISO 14577-1 标准进行马氏体硬度测试的流程概述

操作流程概要
<ul style="list-style-type: none"><li>• 利用电磁力，将压头压入试样中。</li><li>• 压头深入样品内部的深度会自动进行测量。</li><li>• 硬度会根据施加的测试力以及压痕深度自动计算得出。</li></ul>

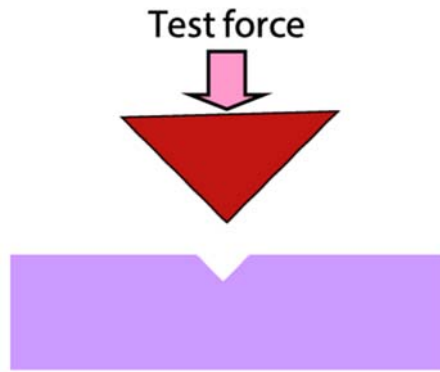


图 2. 马氏硬度测试示意图

表 2 展示了根据 ISO 14577-1 标准制定的马氏体硬度测试流程概要,图 2 则展示了该测试的示意图。马氏体硬度测试是通过在特定载荷下将三角形棱锥形状的金刚石压在样品表面来进行的。随后,硬度会根据压痕区域(自动根据压痕深度计算得出)和载荷自动计算得出。

铅笔硬度在功能性薄膜的硬度测量中被广泛应用,但由于铅笔的磨损以及视觉判断的不确定性,可能会出现测量误差。在本次实验中,我们进行了马氏硬度测试,以评估薄膜的硬度。与传统方法相比,马氏硬度测试的一个优点是能够自动根据压痕深度计算出压痕面积,从而避免误差,并能够在微小区域上测量硬度。

### 3. 测试条件

表 3 和表 4 分别展示了样本信息和测量条件,图 3 则展示了样本表面的图像。样本材料为三种已知铅笔硬度的功能薄膜,它们由一层 9 微米厚的硬涂层覆盖在 PET 基材上构成。测量是在将样本用胶粘剂固定在载玻片上之后进行的。

表3. 样品信息

样品材料	3种功能性薄膜
薄膜厚度	硬涂层9 $\mu\text{m}$ , 聚酯薄膜100 $\mu\text{m}$
铅笔硬度	① 3H, ② H, ③ H

表4. 测试条件

最大试验力	5 个级别 (1000、500、100、20、4 [mN])
试验速度	(最大试验力) /10

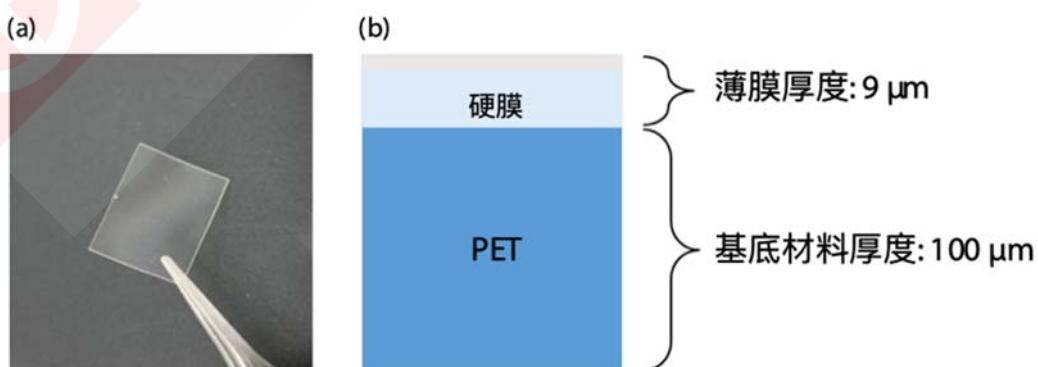


图3 样品图像 (a) 功能薄膜图像, (b) 横截面示意图

#### 4. 结果 (1) 马氏体硬度测量结果

表 5 展示了测量结果 (7 次测量的平均值), 图 4 和展示了测试力-深度曲线, 图 5 展示了平均马氏体硬度。在这 5 种测量条件下, 这些图表分别展示了最大测试力为 4 mN 和 1,000 mN 的两种情况下的结果。在最大测试力为 4 mN 的测试中, 压痕深度约为 0.7 微米。由于该值明显小于硬涂层的 9 微米厚度, 因此可以推断硬度评估仅限于硬涂层。相比之下, 在最大测试力为 1, 000 mN 的测试中, 压痕深度约为 14 微米, 这表明除了穿透硬涂层外, 压入器还穿透了 PET 基材材料。就此而言, 由于 JIS K 5600-54 描述了在铅笔硬度测试中使用 750 gf ( $\approx 7.35$  N) 的测试力, 因此假设进行的是穿透 PET 基材材料的测量。各条件下的硬度顺序如下:

最大4 mN测试力: ① 3H > ② H > ③ H

最大1000mN测试力: ① 3H > ② H  $\geq$  ③ H

使用4mN的测试力, 可以观察到硬度值②和③之间的差异。因此, 马氏硬度测试所显示的硬度差异, 在铅笔硬度测试中是无法检测到的。

表4. 测试结果

样品编号	①	②	③
铅笔硬度	3H	H	H
HMT <sub>115</sub> (4mN)	251MPa	207 MPa	172 MPa
HMT <sub>115</sub> (1000mN)	192 MPa	179 MPa	176 MPa
$h_{\max}$ (4mN)	0.62 $\mu$ m	0.69 $\mu$ m	0.78 $\mu$ m
$h_{\max}$ (1000mN)	13.9 $\mu$ m	14.4 $\mu$ m	14.6 $\mu$ m

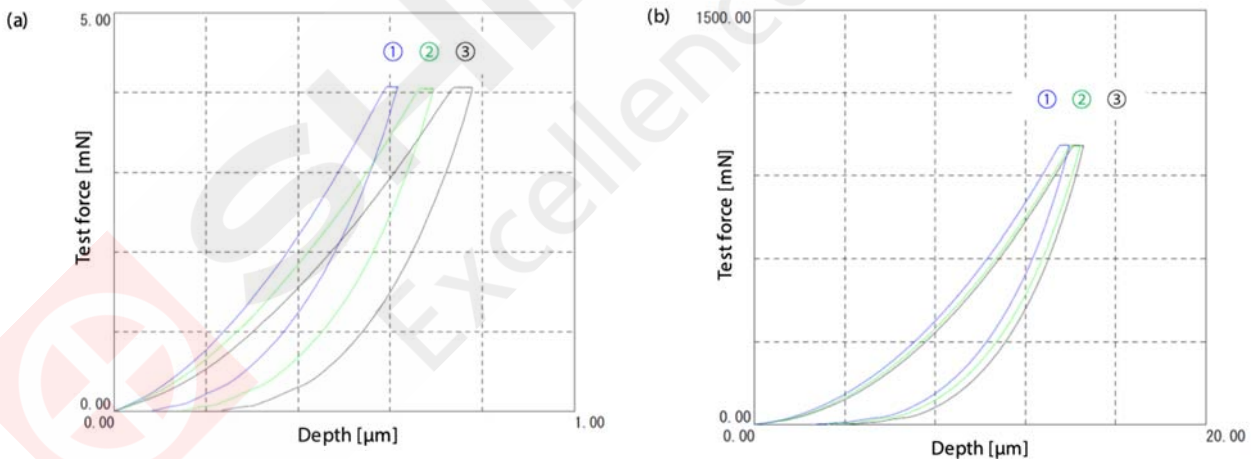


图4. 测试力-深度曲线 (最大测试力: (a) 4mN, (b) 1000mN)

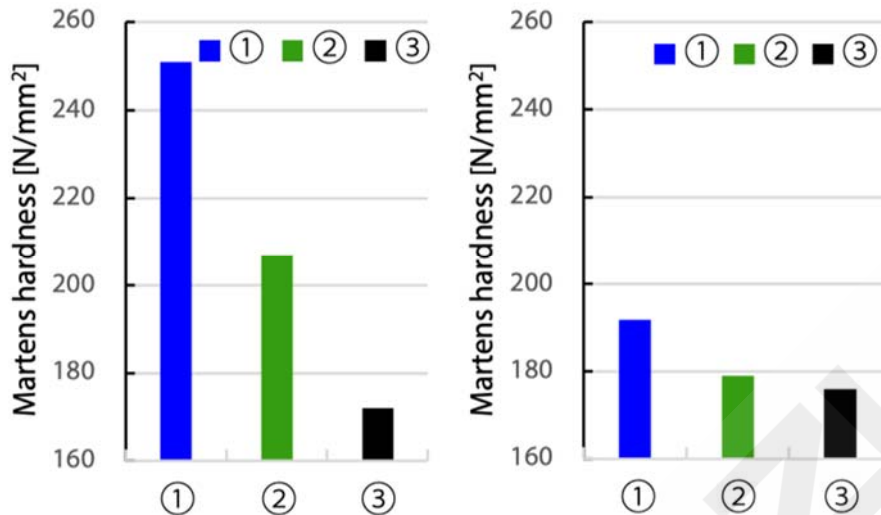


图5. 平均马氏硬度 (最大测试力 (a) 4mN, (b) 1000mN)

## 5. 结果 (2) 基底材料的影响

图 6 展示了马氏体硬度与压痕比例之间的关系，该关系是针对测试力为 1000、500、100、20 和 4 [mN] 时的压痕比例绘制而成的。(这里的“压痕比例”是指通过将压痕深度除以硬涂层的 9 微米膜厚而得到的值。) 在较小的压痕比例区域，各硬度值相对较为均匀，如果压痕比例超过 0.2，硬度则呈现出逐渐接近压痕比例为 1.5 时的硬度值的趋势。由此可以推断，这些结果仅显示了硬涂层在压痕比例为 0.2 之前的硬度，但随着压痕比例超过 0.2，会受到基材硬度的极大影响。值得注意的是，ISO 14577-1 规定在压痕比例不超过 0.1 的情况下进行测试，以避免基材硬度的影响。

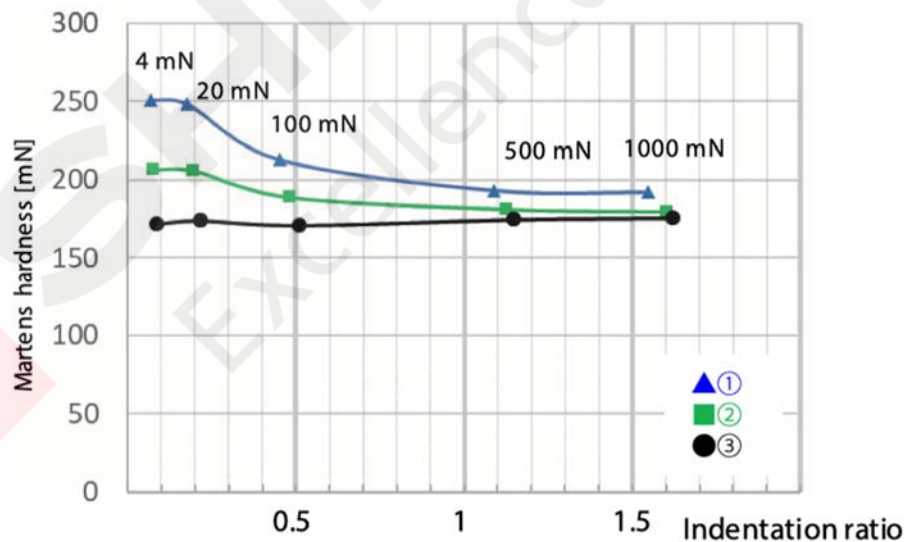


图6. 马氏硬度-压痕比曲线

## 6. 结论

图 6 展示了马氏体硬度与压痕比例之间的关系，该关系是针对测试力为 1000、500、100、20 和 4 [mN] 时的压痕比例绘制而成的。(这里的“压痕比例”是指通过将压痕深度除以硬涂层的 9 微米膜厚而得到的值。) 在较小的压痕比例区域，各硬度值相对较为均匀，如果压痕比例超过 0.2，硬度则呈现出逐渐接近

近压痕比例为 1.5 时的硬度值的趋势。由此可以推断，这些结果仅显示了硬涂层在压痕比例为 0.2 之前的硬度，但随着压痕比例超过 0.2，会受到基材硬度的极大影响。值得注意的是，ISO 14577-1 规定在压痕比例不超过 0.1 的情况下进行测试，以避免基材硬度的影响。

DUH-211 还能够计算多种物理特性，包括弹性模量、蠕变现象以及压痕强度，此外还有马氏体硬度。因此，该测试系统通过单一技术即可获取大量信息，从而用于评估薄膜的物理特性。



SHIMADZU  
Excellence in Science

# DUH-211S 对维氏硬度标准块进行硬度测试

## 1. 简介

硬度常用于评估各类工业材料，因其易于测量这一特点而被广泛应用。特别地，“维氏硬度”因其与金属材料的抗拉强度之间的相关性而广为人知，并且由于它能够方便地对样本进行测量而无需制作特殊形状的样本，因此在实际应用中得到了广泛使用。然而，在测量过程中，必须使用显微镜来测量压痕的大小。因此，当测量厚度约为 50 微米或更薄的样本时，如果在样本上制作一个足够大的压痕以确保测量精度，那么如果基底材料的硬度较高，测量结果可能会受到影响。

岛津 DUH-211 动态超微硬度测试仪能够对诸如这些薄片样品进行测试，并具备根据 ISO 标准将测试结果转换为维氏硬度的功能。以下将介绍在维氏硬度标准块上进行的硬度测试结果，以检验该系统在维氏硬度转换方面的准确性。

## 2. 测试仪器和样品

本次测试所使用的测试设备为岛津公司的 DUH-211 动态超微硬度测试仪（如图 1 所示），并使用了三块具有不同标称硬度值（分别为 100、200、400）的微型维氏硬度标准块作为测试对象，这些标准块列于表 1 中。



图6. DUH-211S动态超显微硬度计

表1. 用于硬度测试的样品

样品名称	维氏硬度标准块		
样品编号	HMV100	HMV200	HMV400

对每个试样（三个硬度标准块）都进行了加载-卸载测试，测试力水平为表 2 中所示的四个值（1mN、10mN、100mN、1000mN）。所使用的压头是一个金刚石材质的玻氏115°正三角锥压头。

表2. 测试条件

仪器	DUH-211S动态超显微硬度计			
压头	玻氏115°正三角锥压头（金刚石）			
测试模式	加载-卸载模式			
测试试验力 (mN)	1000	100	10	1
加载速度 (mN/s)	70.067	6.6620	0.7316	0.075

### 3. 测试结果

图 3 展示了在 1000 mN 和 1mN 测试力下的硬度测量结果的加载-卸载曲线。可以看出，在极小的测试力（1mN）下，加载/卸载过程中也能获得令人满意的测试结果。

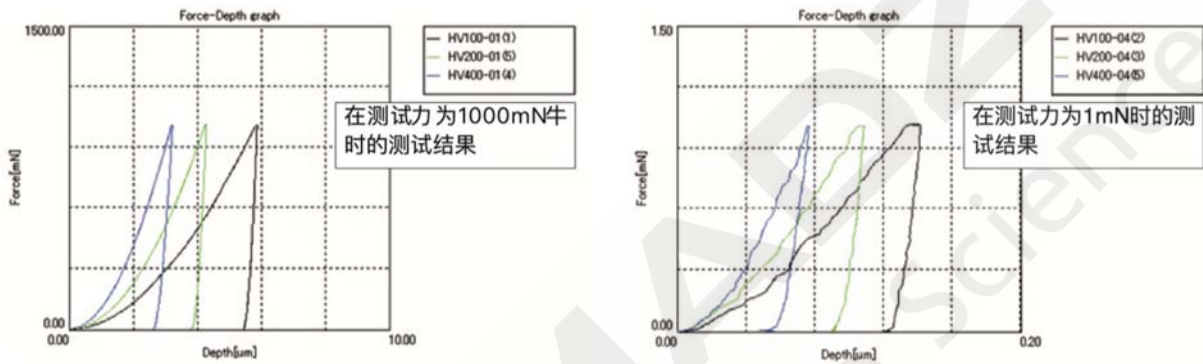


图 3 测试结果（试验力-深度曲线）

图 4 展示了根据这一系列测量数据计算出的维氏硬度的结果，而表 3 则作为参考列出了在本次测试中用作试件的硬度标准块的制造商所提供的检测过程中所得到的硬度值（维氏硬度）。

表3. 测试结果

Test force (mN)	1000	100	10	1
HV400	385.439	428.5	462.189	462.583
HV200	200.618	210.905	231.115	238.505
HV100	102.879	116.005	146.47	153.094

表4. 标准块的硬度参考值

Test Force (mN)	9801	980	98
HV400	397.7	405.8	405.0
HV200	206.8	206.7	206.0
HV100	104.0	108.0	105.5

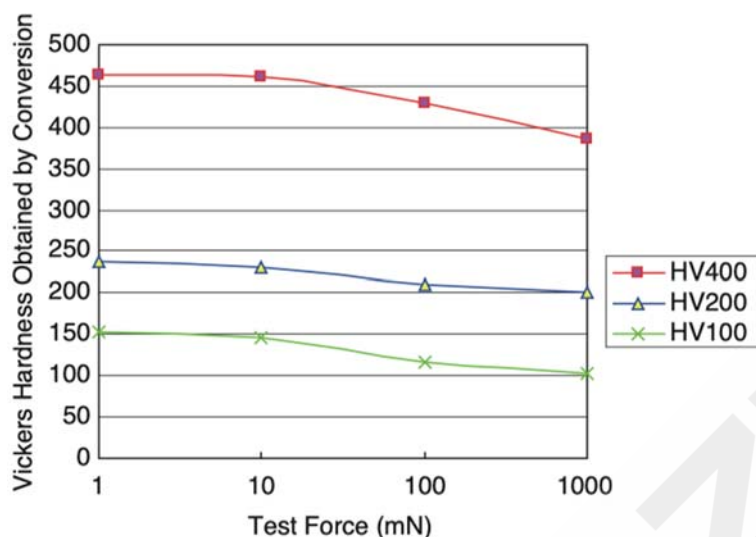


图4. 测试结果

#### 4. 结论

对这些数值的比较表明，在用于检验维氏硬度标准块的测试力范围（98mN 或更大）内，动态超微硬度测试仪在转换为维氏硬度时的误差约为 10%。而在测试力小于此值的情况下，可以看到，尽管误差会增加，但在极小的测试力（1mN）下，误差仍约为 50%。

在 1mN 的测试力下，压痕深度极其浅，约为 0.1 至 0.2 微米，这使得能够测量约 2 $\mu$ m 厚的薄膜的硬度。这项测试的结果表明，即使对于这样的薄膜，也能以固定的精度将硬度转换为维氏硬度。值得注意的是，岛津公司的 DUH-211S 动态超显微硬度计能够对那些无法通过维氏硬度测试仪测量的薄膜进行维氏硬度评估，这一点具有非常重要的意义。

# DUH-211S 动态超显微硬度计对头发进行硬度测试

## 1. 简介

人们的头发每天都会遭受各种外部损伤。多种因素会导致头发受损或变质。其中，据说摩擦、高温以及诸如不良发型和烫发等头发处理方式是造成这些情况的主要因素。在本次测试中，我们尝试通过“变质的硬度”来评估受损的头发，特别是那些因使用化学物质处理而变质的头发，而另一方面，则是未经过任何人工处理的头发。用于测量硬度的“岛津 DUH-211S 超微硬度测试仪”（图 1）适用于测量微小物体。



图 1. DUH-211S 动态超显微硬度计

## 2. 测试样品及测试条件

表 1 展示了所使用的三个样品（头发样品 B 和 C 分别接受了不同的化学处理）。

样品名称	头发		
样品编号	A (未处理)	B (化学处理)	C (化学处理)
样品尺寸	头发直径：约 100 $\mu$ m		

（备注）这三份样本均取自同一人，在相同条件下采集。

该测试是依据表 2 中的设备及条件进行的。图 2 展示了一个概念性示意图。

表2. 试验条件

参数	参数设定
仪器	DUH-211S动态超显微硬度计
试验模式	加载-卸载测试
压头	玻氏115°正三角锥压头（金刚石）
试验力 (mN)	9.8
实验速度 (mN/s)	0.488
保持时间 (s)	2
测试方法	头发两端（约从发根起 10 厘米长的部分）用胶带固定在玻璃板上，再用一层薄薄的速干胶进一步粘牢在玻璃板上，然后施加负荷。（见图 2。）

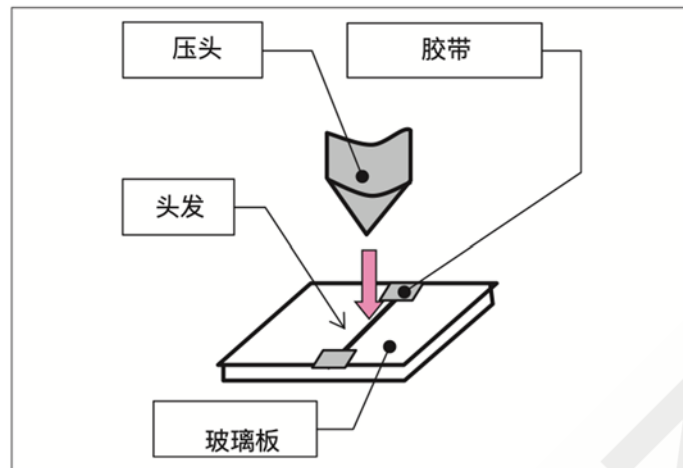


图 2. 测试示意图

### 3. 测试结果

表 3 展示了对这三根毛发进行的硬度测试结果。硬度通过马氏硬度 (HMT115) 以及通过转换得到的维氏硬度 (HV\*) 进行评估。此外, 图 3 展示了每个试件的“力-深度”关系。

样品名称	样品编号	$F_{\max}$ (mN)	$h_{\max}$ ( $\mu\text{m}$ )	HMT <sub>115</sub> (N/mm <sup>2</sup> )	HV*
头发	A	9.88	1.374	176.8	22.9
	B	9.85	1.505	146.8	19.2
	C	9.87	1.185	237.3	33.9

注: 上述表格中符号的含义如下:

$F_{\max}$ : 最大力值

$h_{\max}$ : 最大深度值

HMT<sub>115</sub>: 采用伯克维奇压头 (115°三角锥形压头) 测定的马氏硬度  $HMT_{115} = F_{\max} / (26.43 \times h_{\max}^2)$

HV\*: 通过转换得到的维氏硬度 (参考值)

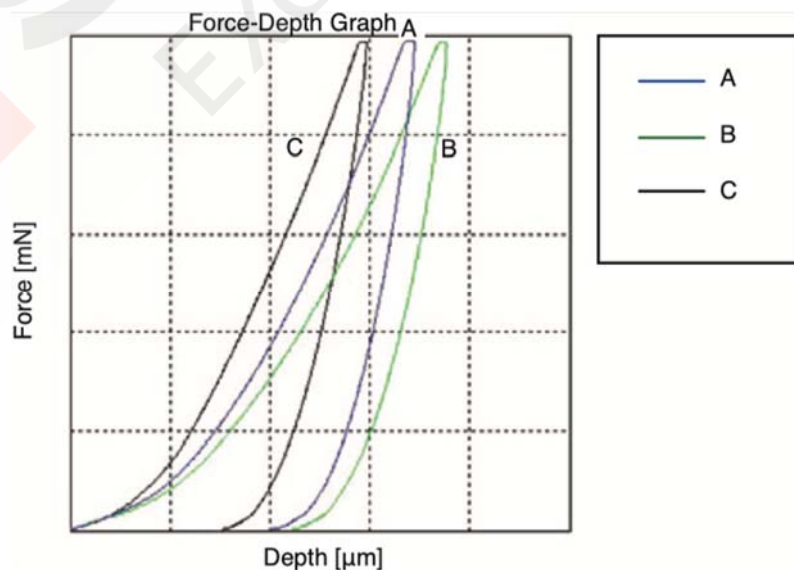


图3. 测试结果 (试验力-深度曲线)

上述结果表明，就马氏硬度（HMT115）以及通过转换得到的维氏硬度（HV\*）而言，硬度从大到小的顺序依次为：试样 C>试样 A>试样 B。

作为参考，如果您再查看一下通过显微镜观察到的每个样本表面的图片（图 4），就可以推断出样本 B 是由于处理而出现肿胀现象，并且比样本 A 更柔软；而样本 C 已经失去了角质层，比样本 A 更坚硬。

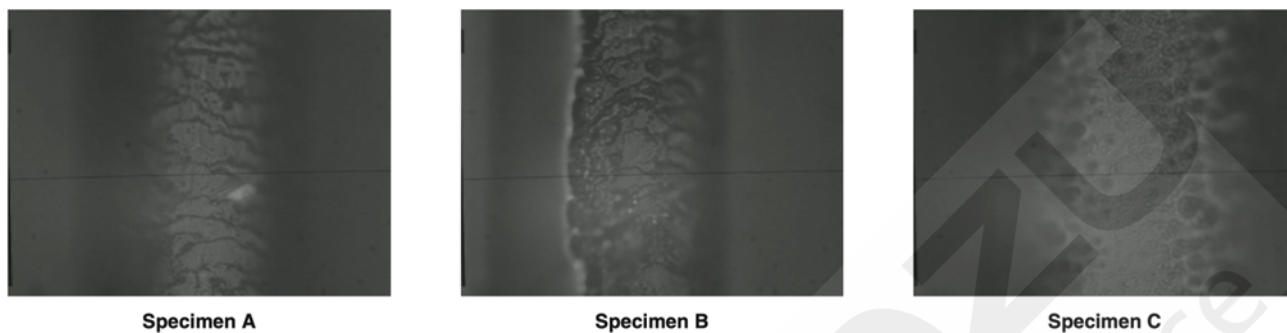


图 4. 头发表面观察图像

# 机械铅笔芯的硬度测试

## 1. 简介

人们的头发每天都会遭受各种外部损伤。多种因素会导致头发受损或变质。其中，据说摩擦、高温以及诸如不良发型和烫发等头发处理方式是造成这些情况的主要因素。在本次测试中，我们尝试通过“变质的硬度”来评估受损的头发，特别是那些因使用化学物质处理而变质的头发，而另一方面，则是未经过任何人工处理的头发。用于测量硬度的“岛津 DUH-211S 超微硬度测试仪”（图 1）适用于测量微小物体。

机械铅笔的可书写性会因铅笔芯的硬度而有所不同。铅笔芯越软，书写效果就越深。而且在铅芯变硬的情况下，仍可以继续书写而无需更换铅芯。因此，根据铅芯的硬度，会选用不同的铅芯用于不同的用途。例如，较软的铅芯用于素描，而较硬的铅芯则用于绘制技术图纸。

机械铅笔的笔芯是由石墨和树脂混合而成的。经过挤压成型后，这种混合物会在约 1200°C 的高温下进行烘烤，然后用一种油性材料进行浸渍，以赋予颜色深度和润滑性。

符号“B”和“H”分别代表“黑色”和“坚硬”，而“HB”则表示“坚硬且黑色”，是介于“H”和“B”之间的中间品质。因此，机械铅笔芯的硬度顺序为  $2H > H > HB > B > 2B$ 。

尽管符号 B 和 H 是通过密度测量机在绘图纸上绘制的密度值来定义的，但铅笔硬度并没有科学的定义。因此，接下来将介绍一种机械铅笔芯硬度测试的示例。机械铅笔芯的硬度是通过使用岛津公司的 DUH-211 动态超微硬度测试仪来确认的。

## 2. 样品

表 1 展示了用于测量所使用的样本，而图 1 则展示了测试方法的示意图。作为样本，选取了 2H、H、HB、B 和 2B 等几种商用机械铅笔的笔尖。将这些笔尖插入机械铅笔中，并通过在纸上划线来打磨笔尖端面使其变平（图 1(a)）。然后向笔尖吹气以清除打磨过程中产生的灰尘，并将铅笔固定在虎钳中进行测试（图 1(b)）。

样品名称	2H	H	HB	B	2B
样品编号	No.1	No.2	No.3	No.4	No.5
样品尺寸	直径 0.5mm，长度 60mm				

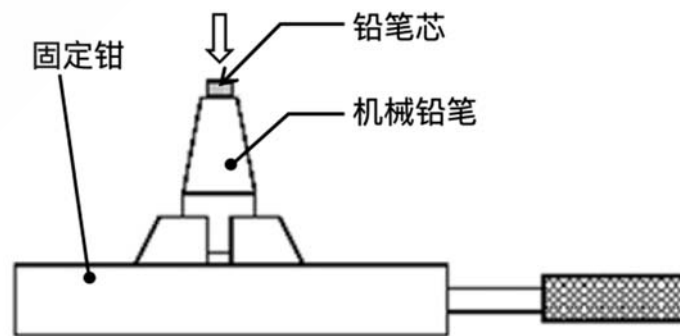


图 1. 测试方法示意图

### 3. 测试样品与仪器

表 2 展示了测试条件，图 2 展示了岛津 DUH-211 动态超显微硬度计。尽管使用该仪器可以获得多种类型的特征值，但在此仅用于通过马氏硬度来评估硬度。

表2. 试验条件

参数	参数设定
仪器	DUH-211S动态超显微硬度计
试验模式	加载-卸载测试
压头	玻氏115°正三角锥压头（金刚石）
试验力 (mN)	49
实验速度 (mN/s)	4.4413
保持时间 (s)	15



图 2. DUH-211 动态超显微硬度计

### 4. 马氏硬度

根据 ISO/TS 19278:2019 标准，必须使用符合 ISO 14577-1（金属材料-硬度和材料参数的仪器压痕测试-第 1 部分：测试方法）的硬度计。这是一款硬度测试仪，可实时测量力和压痕深度，并能评估试样的表面特性。如图 3 所示，马氏硬度值是试验力  $F$  除以压头过接触零点后的压入深度对应的表面积  $A_s(h)$  所得的商。

其中：

$F_{max}$ ：最大试验力；  $F_{min}$ ：最小试验力；

曲线 a：试验力加载曲线；曲线 b：试验力卸载曲线；曲线 c：曲线b在 $F_{max}$ 的切线；

$h_{max}$ ：最大试验力下的最大压入深度；

$A_s(h)$ ：从压头顶端到h处的压头表面积；

$$A_s(h)=23.96 \times h_{max}^2$$

HM：m马氏硬度，

$$HM=F_{max}/A_s(h)$$

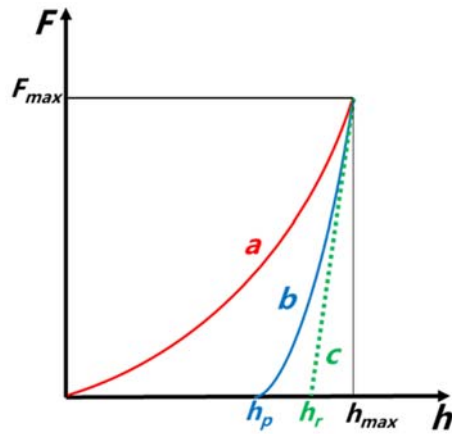


图 3. 试验力-压入深度曲线

通过使用 DUH-211 系列产品，还可以通过将其转换为动态硬度（DH）的方式来表示硬度值（HM）。

## 5. 测试结果

表 3 展示了测试结果（平均值），图 4 则展示了“力 - 深度图”。表 3 中的马氏硬度[MPa]是根据 49mN 下的压痕深度[ $\mu\text{m}$ ]计算得出的。

样品名称	Force mN	Depth $\mu\text{m}$	HM MPa
2H	49.0	2.457	286
H	49.0	2.665	243
HB	49.0	2.730	232
B	49.0	2.833	216
2B	49.0	2.906	207

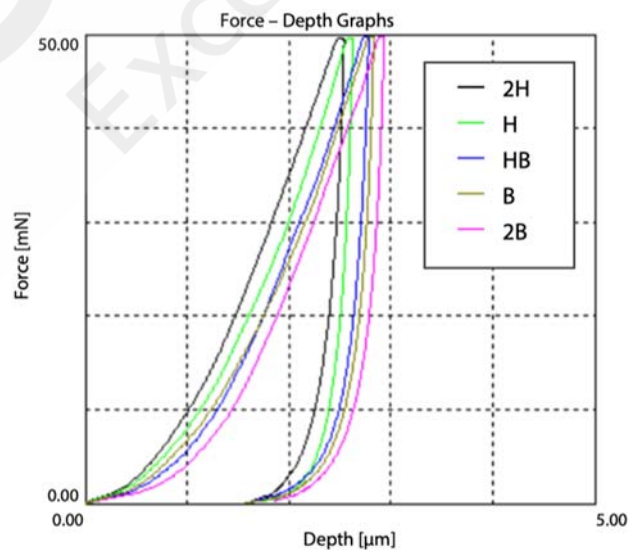


图 4. 测试结果（试验力-深度曲线）

从表 3 可以看出，这种机械铅笔芯的马氏体硬度从高到低的顺序依次为：2H > H > HB > B > 2B，由于这一结果与机械铅笔芯的硬度高低顺序相符，因此可以利用马氏硬度来评估铅笔芯的硬度。

### 6. 测试后压痕图像

图 4 展示了每件测试样本上的压痕图像。由于压痕的边界线难以清晰观察，因此无法像使用维氏硬度测试仪那样通过压痕的大小来获取硬度值。然而，使用 DUH-211 时，无需观察压痕，因为硬度可以从测量的压痕深度自动计算得出。

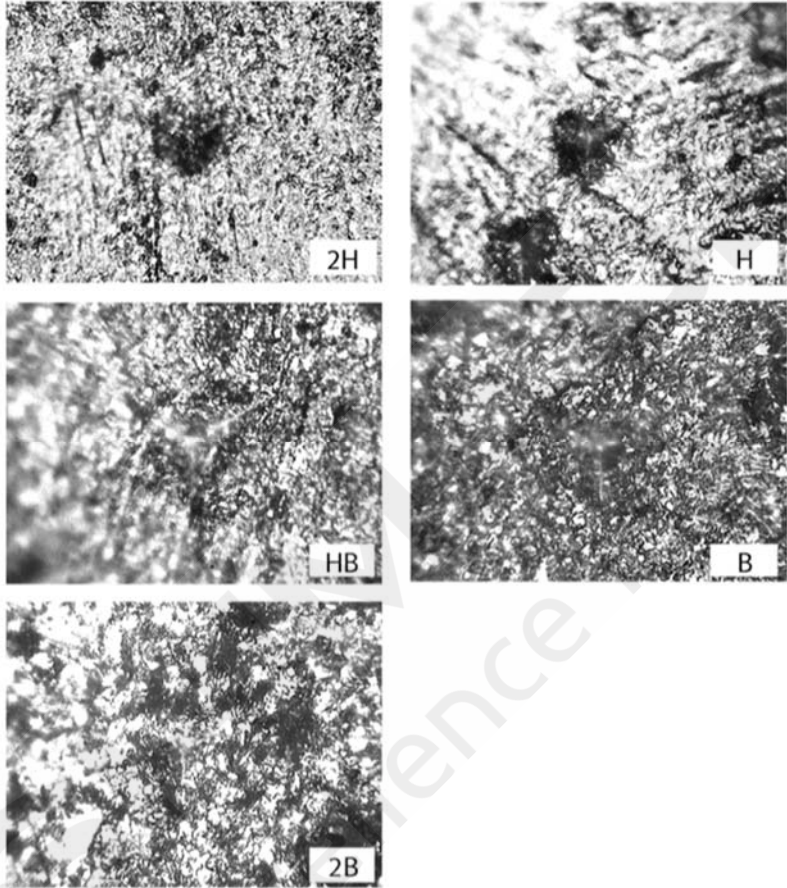


图 5. 压痕图像

### 7. 结论

通过使用岛津公司的 DUH-211 动态超微硬度测试仪，可以依据硬度值而非绘制图像的密度来评估不同类型的机械铅笔芯之间的差异。本文介绍了一个实例，其中通过马氏硬度来评估硬度，从而能够对那些不会留下明显压痕的材料进行硬度测量。

# 使用 FTIR 和 DUH 评价紫外老化的塑料

## 1. 简介

随着时间的推移，汽车零部件、建材、工业用品、农业用品等在室外使用的塑料制品会因为阳光（主要是紫外线）、雨水、气温变化等原因出现老化。因此，需要考虑使用期限、使用环境、耐候性等因素，选择可以安全使用的适当的材料。掌握因外在因素（光、热）而老化的塑料状态和寿命，可以为选择用于塑料制品的添加剂（抗氧化剂、填充剂）以及开发高性能材料提供帮助。本文针对汽车零部件常用塑料受紫外线辐射老化的评价方法展开研究。采用傅里叶变换红外光谱（FTIR）分析了紫外线照射后塑料化学结构的变化，并使用动态超显微动态硬度计（DUH）对其硬度变化进行了表征。

## 2. 使用塑料分析系统 Plastic Analyzer 评价汽车座椅材料

Plastic Analyzer 是一种专门用于塑料老化评价的产品，由 TM 傅里叶变换红外光谱仪 IRSpirit、单反射 ATR 附件 QATR-S 和 PlasticAnalyzerTM 方法包（紫外老化塑料数据库、加热老化塑料数据库、IR Pilot 用分析程序/方法文件）构成。本产品不受分析者使用经验的影响，可准确分析塑料制品是否老化以及老化程度。产品的详情以及应用案例请参见 Application News No. A647。

使用 IRSpirit 测定汽车中使用的座椅材料（PU），然后使用紫外老化塑料数据库确认是否存在老化。该数据库中包含了使用岩崎电气株式会社制造的加速老化人工环境气候箱对 14 种塑料经过照射 0 小时（未照射）~ 最长 550 小时（相当于约 10 年的紫外线暴露量）紫外线的红外光谱。测定条件如表 1 所示，座椅材料分析结果如图 1 所示。

表2. 试验条件

参数	参数设定
仪器名称	IRSpirit
	QATR-S (金刚石晶体)
分辨率	4cm <sup>-1</sup>
累计次数	45
波长范围	4000~600cm <sup>-1</sup>
切趾函数	SqrTriangle
检测器	DLATGS

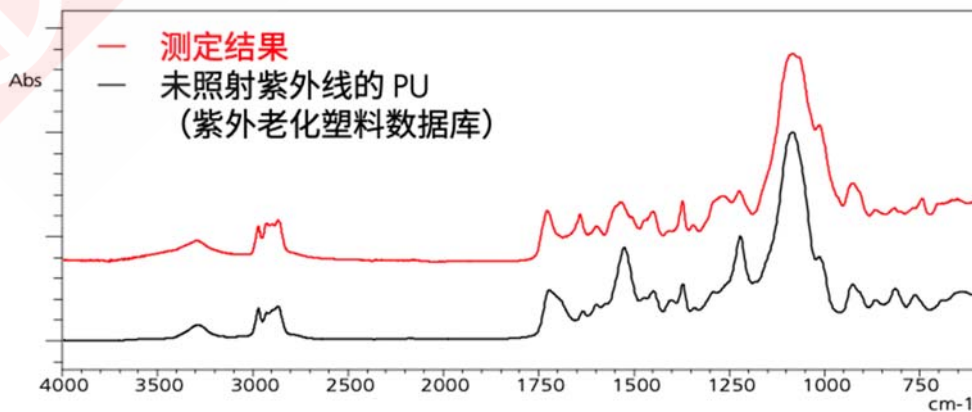


图 1. 座椅材料的分析结果

从紫外老化塑料数据库中检索到了未照射紫外线的聚氨酯 (PU)，其红外光谱中未发现 PU 经紫外老化处理后可见的  $3400\text{cm}^{-1}$  附近的 O-H 伸缩振动及  $1700\text{cm}^{-1}$  附近的 C=O 伸缩振动形成的典型吸收峰。因此，证实所测定的座椅材料未出现老化。

### 3. 紫外线照射引起的塑料表面的化学结构变化

确认了紫外线照射引起的聚丙烯 (PP)、聚碳酸酯 (PC) 的结构变化。PP 用于汽车保险杠，PC 用于天窗、大灯镜片等用途。使用加速老化人工环境气候箱照射 0 小时、1 小时、100 小时紫外线后的 PP 和 PC 的红外光谱如图 2、3 所示。

照射 100 小时的紫外线时，针对图中黄框内所示的  $1750\text{cm}^{-1}$  附近的 C=O 伸缩振动，在 PP 中发现峰强度的增加，在 PC 中发现峰形的变化。随着紫外线照射，塑料表面会慢慢氧化老化，甚至在 100 小时后可以清晰地检测出峰值变化，表明老化导致结构变化发展。

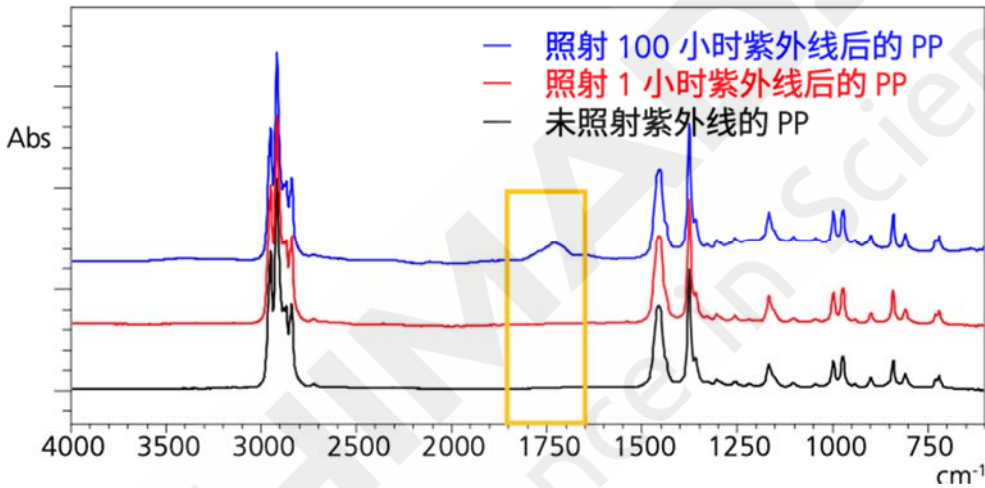


图 2. 聚丙烯 (PP) 的红外光谱

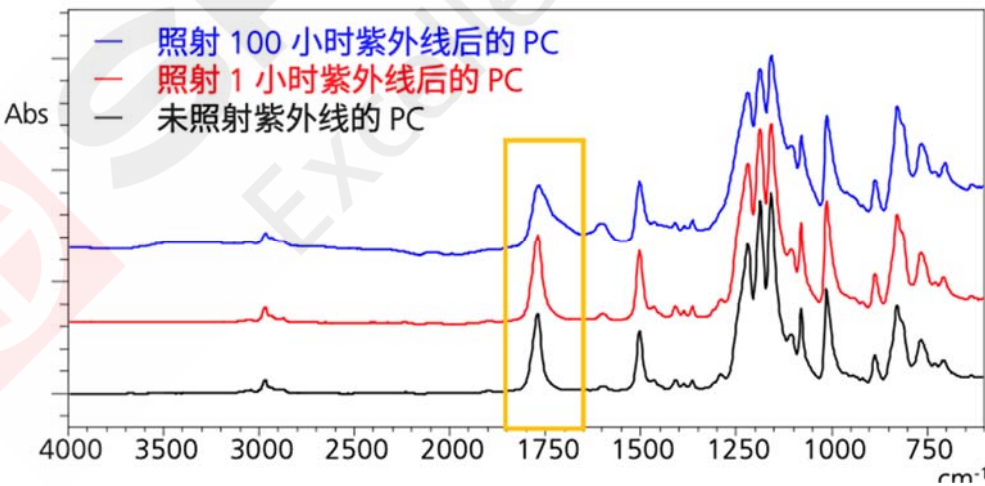


图 3. 聚碳酸酯 (PC) 的红外光谱

### 4. 使用超显微动态硬度计进行针对紫外线老化的硬度评价

动态超显微硬度计 DUH-210 是专门用于塑料硬度评价的产品，可实施符合 ISO/TS19278:2019 标准的试验。硬度试验可简便地测定塑料材料的机械性质和物理特性，对老化评价是有效的。标准的试验条件事先

已录入装置，因此，实施硬度试验不会受到分析人员经验的影响。

对紫外线照射引起的聚丙烯 (PP)、聚碳酸酯 (PC) 的硬度变化进行了评价。表 2 所示为试验条件，表 3、图 4、图 5 所示为紫外线照射 0 小时、1 小时、100 小时的 PP 和 PC 的硬度测定结果。结果可知，PP、PC 的各样品表面均在照射紫外线后变硬。通过 FTIR 的测试发现，100 小时后的样品发生了明显的结构变化，而在硬度方面，1 小时后的样品也出现了明显差异。测试结果表明，紫外线使试样表面发生氧化劣化，导致树脂原本的柔韧性下降，更容易出现裂缝等情况。

表2. 试验条件

参数	参数设定
仪器	DUH-210动态超显微硬度计
室温	23±2°C
湿度	50±10%
试验模式	加载-卸载测试
压头	玻氏115°正三角锥压头（金刚石）
试验力	500mN
加载时间 (s)	30s
保持时间 (s)	40s
卸载时间 (s)	30s
试验次数	5

表3. 压痕硬度Hit [N/mm<sup>2</sup>]测试结果

样品名称	紫外线照射 0 小时	紫外线照射 1 小时	紫外线照射 100 小时
PP	61.3	84.2	85.3
PC	116.6	149.6	161.4

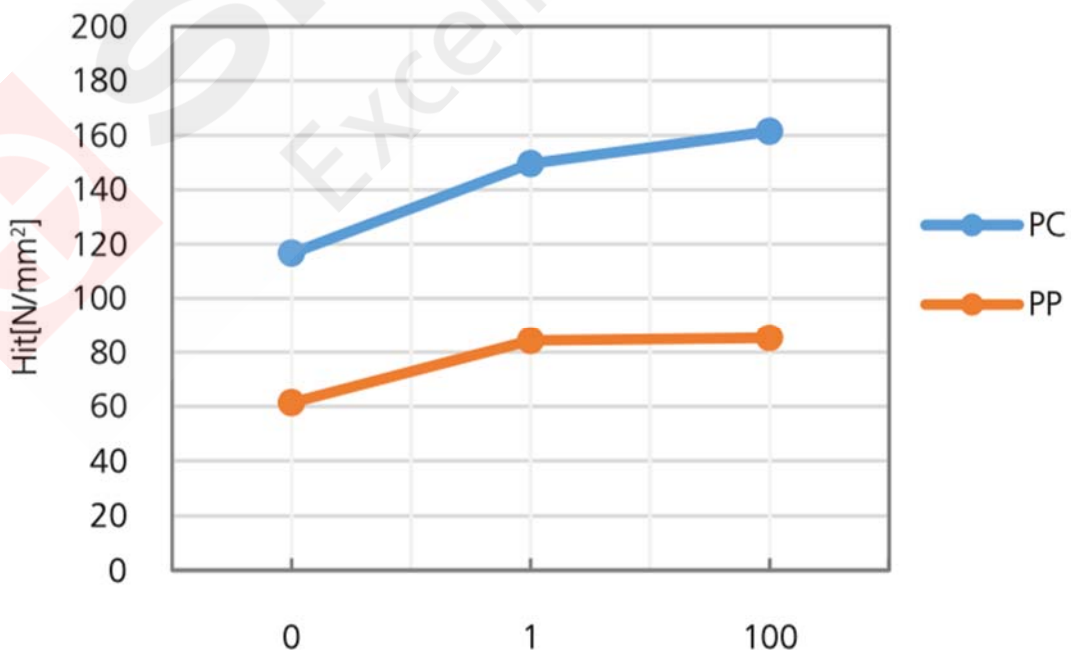


图4. 紫外线照射时间引起的硬度变化

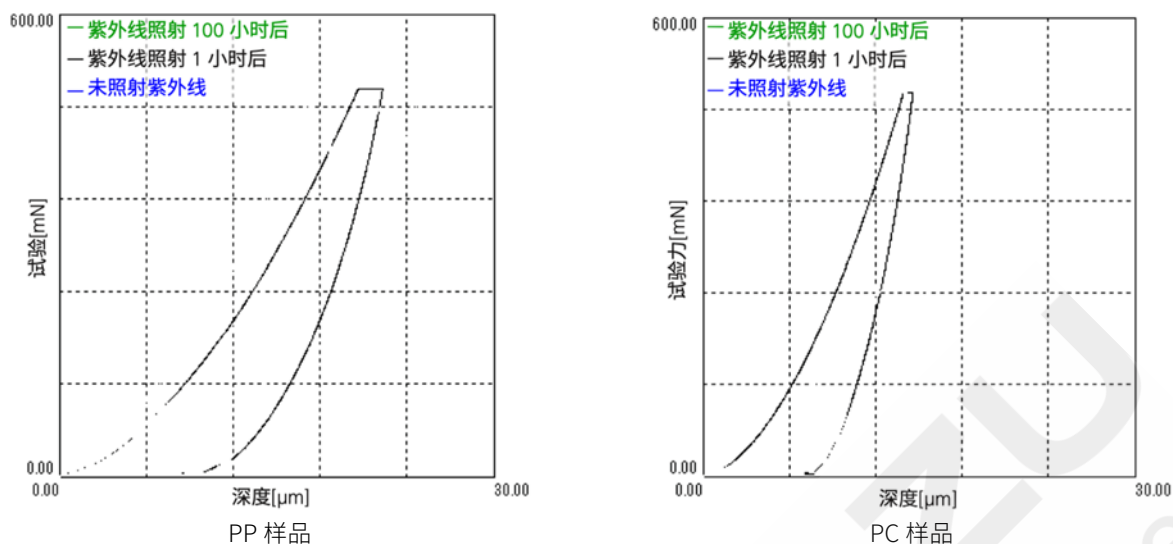


图5. PP和PC样品试验力-位移曲线图

## 5. 结论

使用 FTIR (图 7a) 分析了汽车零部件中常用的塑料由于紫外线照射引起的结构变化, 使用动态超显微硬度计 (图 7b) 分析了样品的硬度变化, 评价了塑料的耐候性。评价结果证实, 紫外线照射后, 塑料表面会因为氧化引起结构变化, 存在变硬的倾向。上述评价数据可以为选择塑料中添加的添加剂和功能性改进提供帮助。



图 7(a). 傅里叶变换红外光谱仪 IRSpirit™

图 7(b). 超显微动态硬度计 DUH™-210

# 固态锂离子电池固态电解质力学性能评估

## 1. 简介

随着全球碳中和及电动化转型政策的推进，蓄电池性能提升的需求日益迫切。全固态锂离子电池因其固态电解质带来的高安全性、潜在高能量密度和长循环寿命等优势，正逐步迈向商业化应用。

然而，该电池在实用化过程中面临一个重要挑战，充放电过程中锂离子嵌入/脱嵌引发的活性物质体积变化。这种体积效应会导致电极合剂层中材料界面结构破坏、电化学反应场发生剥离、离子/电子传导路径中断、电极层与电解质层间界面剥离等问题，结构劣化最终造成电池性能衰减 (如图1所示)。

解决这一问题的方法之一是在电极合剂中添加应力缓和剂。通过在电极合剂中添加应力缓和剂改变其力学性能特性，从而维持和改善界面的结合状态。

本研究采用 ISO14577-1 标准方法，以马氏硬度  $HM$  和压痕模量  $E_T$  为评价指标，对添加应力缓和剂的复合电极层进行定量表征。本文采用符合 ISO 测试标准且可精确测量微尺度材料力学性能的岛津动态超显微硬度计 DUH 系列进行测试研究。

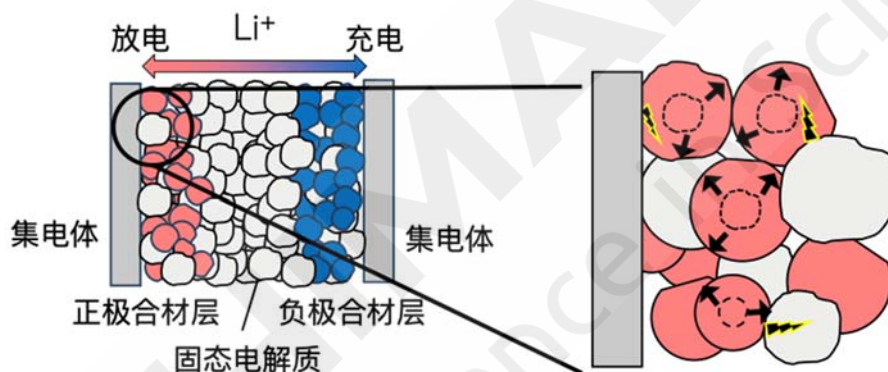


图 1. 全固态电池内部示意图和放电时电极复合材料层劣化的示意图

## 2. ISO14577-1 测试标准

ISO14577-1 是测试标准，用于根据压头压入样品时的试验力和压入深度计算硬度和其他力学性能值。图 2 为 ISO14577-1 测试样品示意图。用规定的试验力将玻氏 115°正三角锥压头（金刚石）压入样品表面，并测量压头压入样品的深度。

图 3 为样品测试过程中的试验力-深度曲线图。从仪器化压入试验得到的试验力-压入深度数据中可求出许多材料参数。该标准的马氏硬度  $HM$ ，是从施加试验力时的试验力-压入深度曲线上(最达到规定的试验力后)测得，它包含塑性变形和弹性变形。马氏硬度  $HM$  值是试验力  $F_{max}$  除以压头过接触零点后的压入深度  $h_{max}$  对应的表面积  $A_s(h)$  所得的商。

压入模量  $E_T$  可以根据卸载过程中的切线斜率进行计算，相当于杨氏模量，计算时需要测试样品的泊松比。此外，该标准还可测定在保持恒定试验力下测量的压入深度变化的压入蠕变率  $C_T$ ，压入功弹性部分的弹性变形功  $\eta_T$ ，还可根据压入硬度  $H_{it}$  转换计算维氏硬度  $HV$  值。

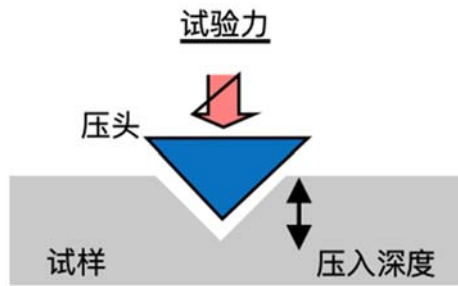


图 2. 测试示意图

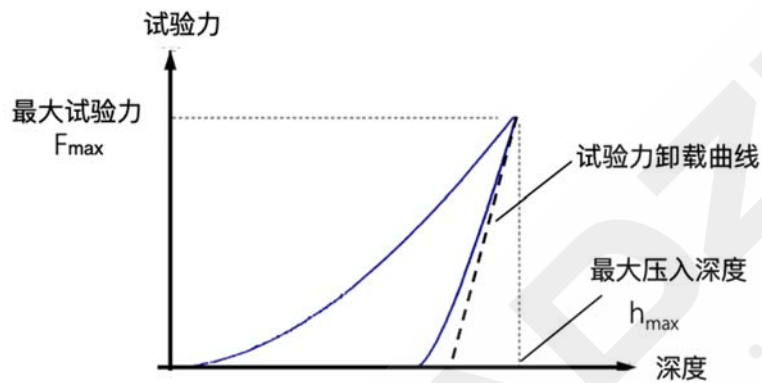


图 3. 试验力-深度曲线

### 3. 测试样品

表 1 为测试样品信息，图 4 为测试样品图像。样品在氧化物固态电解质  $\text{Li}_{6.5}\text{La}_3\text{Zr}_{1.5}\text{Ta}_{0.5}\text{O}_{12}$  (LLZT) 中作为应力缓和剂，分别为硼酸锂 ( $\text{Li}_3\text{bO}_3$ )、碳酸锂 ( $\text{Li}_2\text{CO}_3$ )，通过通电烧结而成。样品表面容易析出氢氧化物和碳酸盐等，因此对样品适当研磨后进行测试。

表1. 测试样品信息

样品	3种固态电解质 (不添加应力缓和剂) (添加硼酸锂) (添加碳酸锂)
结晶构造	石榴石基
长度	10mm
厚度	1mm

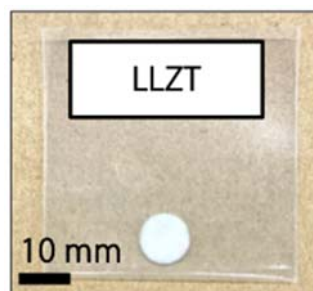


图 3. 测试样品

## 4. 测试条件

使用 DUH-210 动态超显微硬度计对样品进行测试。表 2 为试验条件，图 5 为仪器外观。

表2. 试验条件

参数	参数设定
仪器	DUH-210动态超显微硬度计
试验模式	加载-卸载测试
压头	玻氏115°正三角锥压头（金刚石）
试验力	500mN
加载速度	51.9mN/s
试验次数	10点



图 4. DUH™-210 动态超显微硬度计

## 5. 测试结果

图 6 为未添加应力缓和剂样品的试验力-深度图曲线图和测试后的样品表面图(物镜 40 倍采集)。同样，图 7 和图 8 分为添加硼酸锂和碳酸锂样品的试验力-深度图曲线图和测试后的样品表面图(物镜 40 倍采集)。

如表 3 试验结果所示。计算压入模量  $E_T$  所需的样品泊松比为 0.3。在固态电解质中添加应力缓和剂后，马氏硬度 HM、压入模量  $E_T$  数值均降低。根据弹性模量的模拟结果，具有同样石榴石基结构的 LLZT 的压入模量  $E_T$  为 150GPa，添加应力缓和剂的硼酸锂和碳酸锂样品的压入模量  $E_T$  分别为 100~ 110GPa 和 50~80GPa。通过对 3 种样品进行压入测试，可得知在固态电解质中添加应力缓和剂会导致压入模量  $E_T$  降低。

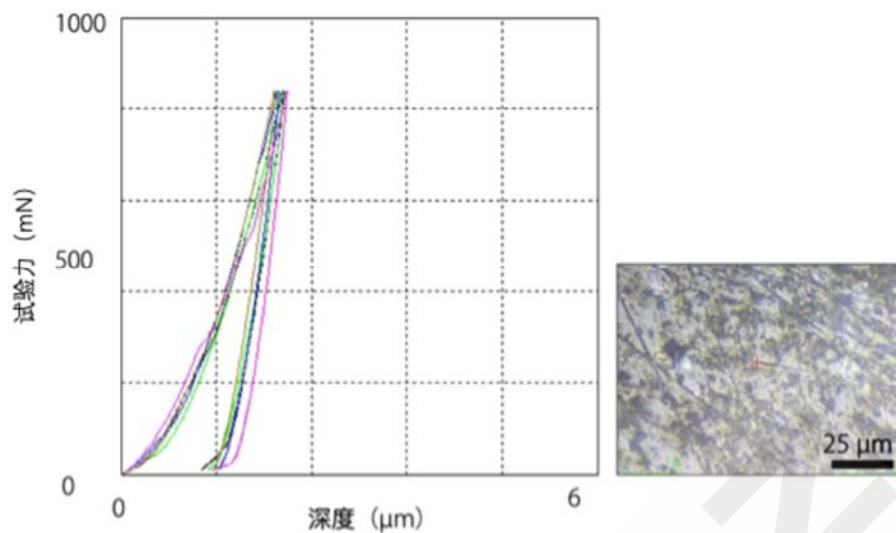


图 4. 未添加应力缓和剂样品的试验结果 (左: 试验力-深度曲线; 右: 样品测试表面图)

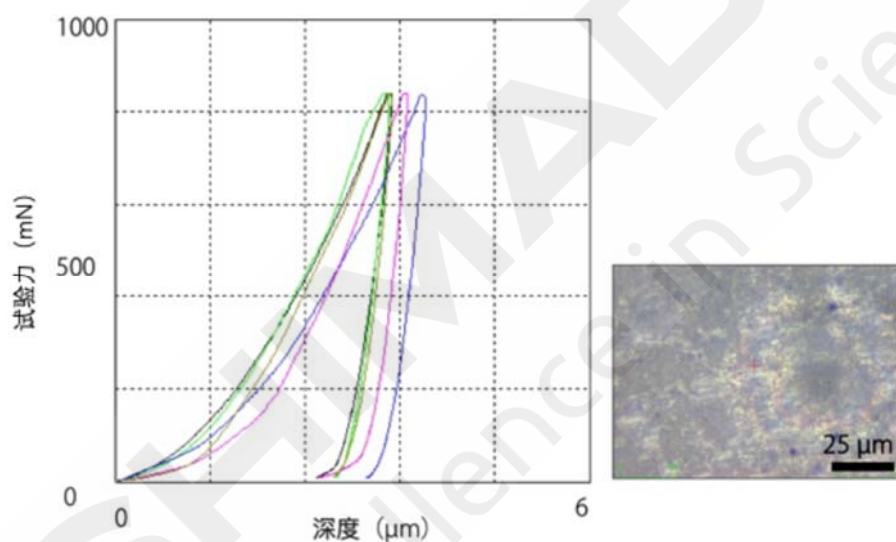


图 5. 添加硼酸锂样品的试验结果 (左: 试验力-深度曲线; 右: 样品测试表面图)

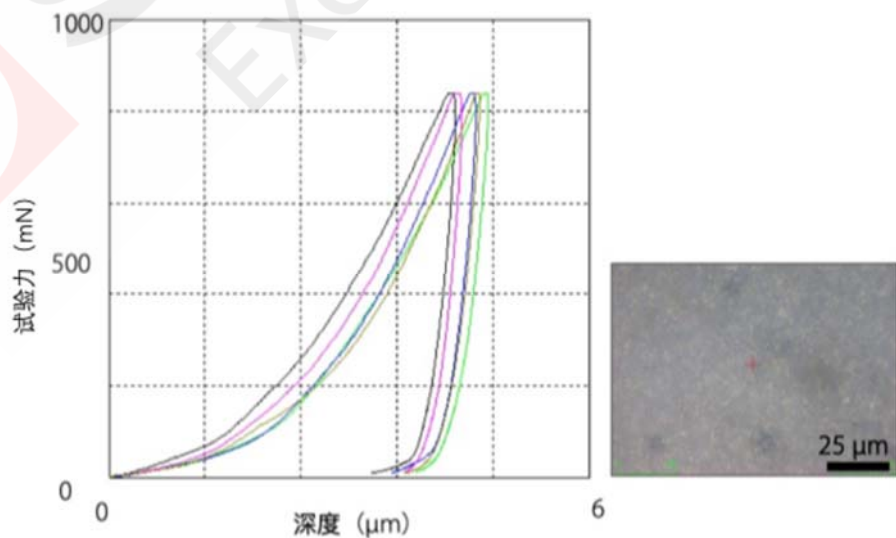


图 6. 添加碳酸锂样品的试验结果 (左: 试验力-深度曲线; 右: 样品测试表面图)

另外, 图 9 为三种样品分别测试 10 点的马氏硬度-弹性模量图。仅比较样品的压入模量时, 添加硼酸锂的和添加碳酸锂的样品之间的差异并不明显, 但通过对比其马氏硬度值还是有明显的差异。

表3. 试验结果 (测试10点取平均值, 样品泊松比为0.3)

样品	$h_{\max}$ [ $\mu\text{m}$ ]	$HM$ [MPa]	$E_T$ [GPa]	$\eta_T$ [%]
未添加应力缓和剂	2.03	4513.8	102.7	43.8
添加硼酸锂	3.50	1610.1	71.0	20.5
添加碳酸锂	4.64	912.7	69.4	16.1

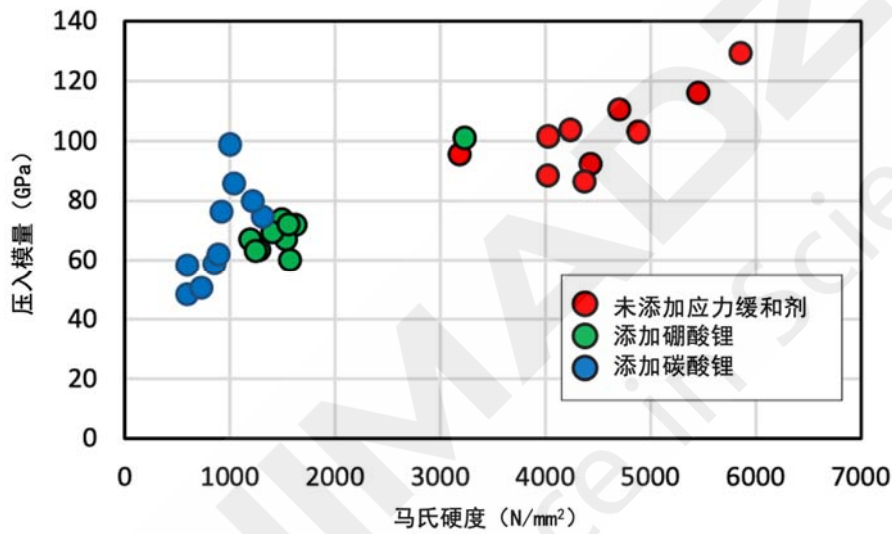


图 6. 马氏硬度-弹性模量图

## 6. 结论

用岛津 DUH 动态超显微硬度计测试添加了应力缓和剂的氧化物系固态电解质, 评价了包括马氏硬度在内的相关力学性能值。测试结果表明, 通过在固态电解质中添加应力缓和剂, 马氏硬度和压入模量值都明显降低。

无论是氧化物系还是硫化物系固态电解质, 对于其复合电极层的力学性能进行研究, 为不断优化充放电过程中因体积变化导致的各界面状态都具有重要地意义。本文研究中所用的测试方法操作简便, 能准确测量固态电解质的力学性能, 为不断推进全固态锂电池的实用化研究提供了有效支持。

分析测试仪器客服热线电话: 800-810-0439  
400-650-0439

本产品资料所宣传的内容,以本版本为准,资料中的试验数据除注明外均为本公司的试验数据。本资料所有信息仅供参考,如有变动恕不另行通知。

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>

#### 北京

北京市朝阳区朝外大街16号中国人寿大厦14层  
邮政编码: 100020  
电话: (010)8525-2310/2312 传真: (010)8525-2531

#### 沈阳

沈阳市青年大街167号北方国际传媒中心11层  
邮政编码: 110016  
电话: 024-23255577 传真: (024)2325-5577

#### 西安

西安市锦业一路56号研祥城市广场A座501  
邮政编码: 710065  
电话: 029-62737878 传真: (029) 6273-7879

#### 乌鲁木齐

乌鲁木齐市中山路339号中泉广场14H座  
邮政编码: 830002  
电话: (0991)230-6271/6272 传真: (0991)230-6273

#### 郑州

郑州市中原路220号裕达国际贸易中心A座20层2011室  
邮政编码: 450007  
电话: (0371)8663-2981/2983 传真: (0371)8663-2982

#### 上海

上海市徐汇区宜州路180号华鑫慧享城B2栋  
邮政编码: 200233  
电话: (021)3419-3888 传真: (021)3419-3666

#### 成都

成都市锦江区创意产业商务区三色路38号博瑞·创意成都写字楼  
邮政编码: 610063 B座12层  
电话: (028)8619-8421/8422 传真: (028)8619-8420

#### 南京

南京市鼓楼区汉中路2号亚太商务楼27层B座  
邮政编码: 210005  
电话: (025)8689-0258 传真: (025)8689-0237

#### 重庆

重庆市渝中区长滨路2号来福士A座601  
邮政编码: 400011  
电话: (023)6380-6057 传真: (023)6380-6551

#### 武汉

武汉市武昌区临江大道96号武汉万达中心31层3112室  
邮政编码: 430060  
电话: (027) 5908-0488 传真: (027) 5908-0470

#### 广州

广州市天河区高唐路230号广电智慧大厦  
邮政编码: 510656  
电话: (020) 3718-3888 传真: (020) 3718-3804

#### 昆明

昆明市青年路432号天恒大酒店 908室  
邮政编码: 650021  
电话: (0871)6315-2986/2987 传真: (0871)6315-2991

#### 深圳

深圳市南山区粤海街道高新南七道18号高新技术产业园区R3-B座一楼  
邮政编码: 518057  
电话: (0755)8340-2852 传真: (0755)8389-3100

#### 长沙

湖南省长沙市芙蓉区解放西路188号国金中心T1大楼3115室  
邮政编码: 410005

#### 香港

香港九龙尖沙咀海洋中心1028室  
SUITE 1028,OCEAN CENTRE,HARBOUR CITY,  
TSIM SHA TSUI,KOWLOON,HONG KONG  
电话: (00852)2375-4979 传真: (00852)2199-7438

株式会社 岛津制作所

604-8511 京都市中京区西ノ京桑原町1  
电话: 81(75)823-1111 传真: 81(75)811-3188  
URL: <http://www.shimadzu.com>

本书中所记载的公司名称、产品服务名称及商标均为株式会社岛津制作所的注册商标或商标。本书中有未标明 TM 标志和 © 标志之处。  
本书中所使用的其他公司的商号、商标的所有权非株式会社岛津制作所所有。