

普通高等教育“十一五”规划教材  
PUTONG GAODENG JIAOYU SHIYIWU GUIHUA JIAOCAI



CAILIAOSHIYAN  
YU CESHIJISHU

# 材料实验 与测试技术

马小娥 主编  
管宗甫 主审



中国电力出版社  
<http://jc.cepp.com.cn>

普通高等教育“十一五”规划教材  
PUTONG GAODENG JIAOYU SHIYIWU GUIHUA JIAOCAI



CAILIAOSHIYAN  
YU CESHIJISHU

# 材料实验 与测试技术

|     |     |     |
|-----|-----|-----|
| 主 编 | 马小娥 |     |
| 副主编 | 张海波 | 杨 雷 |
|     | 刘 豫 | 张建新 |
| 编 写 | 王海绢 | 何小芳 |
|     | 罗树琼 | 朱伶俐 |
|     | 曹新鑫 | 王雨利 |
| 主 审 | 管宗甫 |     |



中国电力出版社  
<http://jc.cepp.com.cn>

## 内 容 提 要

本书为普通高等教育“十一五”规划教材。全书共十一篇,主要包括:实验方法,材料科学基础实验,材料测试技术实验,高分子物理、高分子化学实验,粉体工程实验,热工及流体工程实验,水泥工艺及性能实验,玻璃工艺及性能实验,陶瓷工艺及性能实验,混凝土及新型建材工艺及性能实验以及综合性和设计性实验等。书中根据材料科学与工程专业的特点,结合科研与生产需要选择实验、测试项目,同时配合实验室建设编写。

本书通过科学的实验方法、正确的操作过程,加上完善的记录和数据优化处理分析,锻炼学生的动手能力、思考能力和分析问题的能力,从而提高其综合素质和创新能力。

本书主要作为高等学校本科材料科学与工程专业实验教材,也可供其他专业师生和有关的工程技术人员参考。

## 图书在版编目(CIP)数据

材料实验与测试技术/马小娥主编. —北京:中国电力出版社, 2008. 3

普通高等教育“十一五”规划教材

ISBN 978-7-5083-6750-7

I. 材… II. 马… III. ①工程材料—试验—高等学校—教材②工程材料—测试—高等学校—教材 IV. TB302

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2008)第 018122 号

中国电力出版社出版、发行

(北京三里河路 6 号 100044 <http://jc.cepp.com.cn>)

航远印刷有限公司印刷

各地新华书店经售

\*

2008 年 3 月第一版 2008 年 3 月北京第一次印刷

787 毫米×1092 毫米 16 开本 25.25 印张 617 千字

定价 38.00 元

## 敬 告 读 者

本书封面贴有防伪标签,加热后中心图案消失  
本书如有印装质量问题,我社发行部负责退换

版 权 专 有 翻 印 必 究

## 前言

为贯彻落实教育部《关于进一步加强高等学校本科教学工作的若干意见》和《教育部关于以就业为导向深化高等职业教育改革的若干意见》的精神,加强教材建设,确保教材质量,中国电力教育协会组织制订了普通高等教育“十一五”教材规划。该规划强调适应不同层次、不同类型的院校,满足学科发展和人才培养的需求,坚持专业基础课教材与教学急需的专业教材并重、新编与修订相结合。本书为新编教材。

在高等教育的教学中,实验教学有着非常重要的地位。科学的实验方法,正确的操作过程,完善的记录和数据优化处理分析都能够锻炼学生的动手能力、思考能力和分析问题的能力,从而提高学生的创新能力乃至综合素质。

在高等教育的教学改革中,实验教学的改革难度较大,其中涉及到教学思想、教学方法、教学体系、教学内容、教学场地、教学设备等诸多问题。从近些年国内几个重要的材料专业教学改革会议的讨论情况来看,各高等院校的办学特点有所不同,实验教学条件也有较大的差别,因而要编一本全国材料科学与工程专业通用的实验教材是难以实现的。因此,按照河南理工大学的办学特点和教学条件来编写这本书是我们的指导思想。

实验教学大纲是实验教学的纲领,是实验室建设和教材建设的依据。因此,我们把制定实验教学大纲的工作放在实验教学改革的首位。2005年6月,我们根据材料科学与工程专业的特点,并结合科研与生产需要来选择实验(测试项目),拟订了“材料科学与工程专业实验教学大纲”的初稿。为了制定科学实用的实验教学大纲,材料学院于同年9月组织有关专家、教授对这个大纲进行了多次讨论。大纲经修改确定之后,实验室建设(部分需要补充的实验设备的选型、采购)和教材建设才同时进行。经过两年的努力,目前这两项工作已基本告一段落。现在呈现在读者面前的这本实验教材,基本体现了这个大纲的精神。

本书由马小娥主编,张海波、杨雷、刘豫、张建新副主编。参编人员及编写分工如下:马小娥编写了第一篇、第二篇、第七篇、第八篇、第九篇、第十一篇内容;杨雷编写了第一篇,第五篇、第七篇、第十篇内容;张海波编写了第三篇内容;张建新编写了第一篇内容;刘豫编写了第二篇、第八篇、第九篇、第十一篇内容;罗树琼编写了第五篇、第七篇、第十篇内容;何小芳编写了第七篇、第十篇内容;王海娟编写了第一篇、第五篇内容;王雨利编写了第六篇、第十篇内容;曹新鑫编写了第四篇内容;朱伶俐编写了第十篇内容。罗树琼完成附表的选择、录入与校正。全书由杨雷负责统稿和电脑排版。本书在编写过程中得到了河南理工大学材料学院的张义顺、管学茂等教授的大力支持,并得到了河南省高等教育教学改革研究项目(豫教高【2006】102号)“材料科学与工程人才培养体系的综合改革与实践”大力支助,同时有幸得到了郑州大学管宗甫教授给我们提出的宝贵意见并及时改进,在此表示真诚的感谢。

在国内目前的出版物中,还没有适合本科生使用的包括实验方法、误差及数据处理、微观测试技术、材料实验等的实验教材。编写一本从科学的角度和专业的角度来看都符合要求的教材是我们的期望。但由于编者的编写水平有限,不当之处难免。现付梓的这本书离预定的目标还有一定的距离。为了提高本书的质量,我们衷心希望读者提出批评与修改的建议。

马小娥

二零零七年十二月 于焦作河南理工大学

## 目 录

## 前言

|     |                                |     |
|-----|--------------------------------|-----|
| 第一篇 | 实验方法                           | 1   |
|     | 第一节 实验设计方法                     | 1   |
|     | 第二节 误差理论与数据处理                  | 44  |
|     | 第三节 实验报告编写方法                   | 63  |
| 第二篇 | 材料科学基础实验                       | 65  |
|     | 实验一 晶体结构分析                     | 65  |
|     | 实验二 固相反应                       | 69  |
|     | 实验三 黏土离子交换容量测定                 | 72  |
|     | 实验四 烧结性能实验                     | 76  |
|     | 实验五 材料导热系数的测定                  | 79  |
|     | 实验六 材料线膨胀系数的测定                 | 81  |
|     | 实验七 材料的高温制备                    | 85  |
|     | 实验八 材料磁化率的测定                   | 90  |
|     | 实验九 光学显微镜的原理、构造及使用             | 92  |
|     | 实验十 金相显微试样的制备                  | 98  |
|     | 实验十一 铁碳合金相图及平衡组织观察             | 102 |
|     | 实验十二 金属的塑变与再结晶                 | 106 |
|     | 实验十三 位错浸蚀坑的观察                  | 108 |
|     | 实验十四 钢的奥氏体晶粒度的测定               | 110 |
| 第三篇 | 材料测试技术实验                       | 118 |
|     | 实验十五 X射线衍射法进行物相分析              | 118 |
|     | 实验十六 透射电镜及试样显微电子图像观察           | 123 |
|     | 实验十七 扫描电镜的结构原理及图像衬度观察          | 126 |
|     | 实验十八 差热分析实验                    | 130 |
|     | 实验十九 热重分析                      | 133 |
|     | 实验二十 红外光谱定性分析                  | 136 |
| 第四篇 | 高分子物理、化学实验                     | 140 |
|     | 实验二十一 黏度法测定聚合物的黏均分子量           | 140 |
|     | 实验二十二 渗透压法测定聚合物分子量和 Huggins 参数 | 144 |
|     | 实验二十三 小角激光光散射法测定全同构聚丙烯球晶半径     | 148 |
|     | 实验二十四 密度梯度管法测定聚合物的密度和结晶度       | 152 |
|     | 实验二十五 光学解偏振法测定全同构聚丙烯的结晶速度      | 156 |
|     | 实验二十六 反相气相色谱法测高聚物的玻璃化转变温度和结晶度  | 160 |

|            |                                    |     |
|------------|------------------------------------|-----|
| 实验二十七      | 光散射法测定聚合物的重均分子量及分子尺寸·····          | 163 |
| 实验二十八      | 体积排除色谱 (SEC) 法测定聚合物的分子量及分子量分布····· | 168 |
| 实验二十九      | 高聚物溶度参数的测定·····                    | 171 |
| 实验三十       | 聚合物熔体流动速率及流动活化能的测定·····            | 174 |
| 实验三十一      | 聚合物温度—形变曲线的测定·····                 | 178 |
| 实验三十二      | 高分子材料应力—应变曲线的测定·····               | 181 |
| 实验三十三      | 高分子材料冲击强度的测定·····                  | 183 |
| 实验三十四      | 偏光显微镜研究聚合物的晶态结构·····               | 185 |
| 实验三十五      | 聚合物的热谱图分析·····                     | 189 |
| 实验三十六      | 动态力学分析法研究两相聚合物的相容性·····            | 194 |
| 实验三十七      | 苯乙烯的悬浮聚合·····                      | 197 |
| 实验三十八      | 醋酸乙烯乳液聚合·····                      | 198 |
| 实验三十九      | 甲基丙烯酸甲酯的本体聚合·····                  | 200 |
| 实验四十       | 脲醛树脂的缩聚·····                       | 201 |
| <b>第五篇</b> | <b>粉体工程实验</b> ·····                | 203 |
| 实验四十一      | 粉碎及筛分测定粒度·····                     | 203 |
| 实验四十二      | 分级与分离实验·····                       | 206 |
| 实验四十三      | 粉体混合及其测定实验·····                    | 208 |
| 实验四十四      | 激光粒度仪测定粒度分布组成·····                 | 209 |
| 实验四十五      | 粉体比表面积测定实验·····                    | 217 |
| <b>第六篇</b> | <b>热工及流体工程实验</b> ·····             | 224 |
| 实验四十六      | 流体黏度的测定·····                       | 224 |
| 实验四十七      | 气流压力的测量·····                       | 227 |
| 实验四十八      | 流速与流量测量·····                       | 229 |
| 实验四十九      | 煤的工业分析·····                        | 232 |
| 实验五十       | 工业烟气的成分分析及漏风量的测定·····              | 235 |
| 实验五十一      | 干湿球温度法测定气体的湿含量·····                | 238 |
| <b>第七篇</b> | <b>水泥工艺及性能试验</b> ·····             | 241 |
| 实验五十二      | 水泥细度测定·····                        | 241 |
| 实验五十三      | 水泥比表面积的测定 (勃氏法)·····               | 242 |
| 实验五十四      | 水泥密度测定·····                        | 246 |
| 实验五十五      | 水泥标准稠度用水量的测定·····                  | 247 |
| 实验五十六      | 水泥胶砂流动度的测定·····                    | 249 |
| 实验五十七      | 水泥凝结时间的测定·····                     | 251 |
| 实验五十八      | 水泥体积安定性的测定·····                    | 252 |
| 实验五十九      | 水泥膨胀性实验·····                       | 254 |
| 实验六十       | 水泥干缩性实验·····                       | 257 |
| 实验六十一      | 水泥胶砂强度实验·····                      | 260 |
| 实验六十二      | 水泥中三氧化硫含量的测定 (二次静态离子交换法)·····      | 263 |

|            |                              |            |
|------------|------------------------------|------------|
|            | 实验六十三 水泥熟料中游离氧化钙的测定·····     | 266        |
| <b>第八篇</b> | <b>玻璃工艺及性能实验·····</b>        | <b>269</b> |
|            | 实验六十四 熔融淬冷法制备玻璃·····         | 269        |
|            | 实验六十五 玻璃热稳定性的测定·····         | 271        |
|            | 实验六十六 玻璃的化学稳定性测定·····        | 274        |
|            | 实验六十七 酸碱对玻璃的侵蚀实验·····        | 276        |
|            | 实验六十八 玻璃的着色实验·····           | 277        |
| <b>第九篇</b> | <b>陶瓷工艺及性能实验·····</b>        | <b>278</b> |
|            | 实验六十九 泥浆性能的测定·····           | 278        |
|            | 实验七十 泥浆相对黏度及厚化度的测定·····      | 283        |
|            | 实验七十一 泥料可塑性的测定·····          | 286        |
|            | 实验七十二 陶瓷坯料配方实验·····          | 288        |
|            | 实验七十三 黏土或坯体线收缩率的测定·····      | 291        |
|            | 实验七十四 石膏浆凝结时间的测定·····        | 293        |
|            | 实验七十五 陶瓷材料的制备·····           | 295        |
|            | 实验七十六 多孔陶瓷的制备与加工·····        | 304        |
|            | 实验七十七 陶瓷吸水率、气孔率及体积密度的测定····· | 308        |
|            | 实验七十八 线收缩率和体收缩率的测定·····      | 311        |
|            | 实验七十九 陶瓷砖的湿膨胀性测试·····        | 315        |
|            | 实验八十 陶瓷的热稳定性测试·····          | 317        |
|            | 实验八十一 陶瓷白度的测定·····           | 319        |
|            | 实验八十二 材料光泽度的测定·····          | 322        |
|            | 实验八十三 材料色度的测定·····           | 324        |
|            | 实验八十四 材料透光性能的测定·····         | 326        |
|            | 实验八十五 材料阻温特性的测试·····         | 327        |
|            | 实验八十六 显微硬度的测定·····           | 329        |
|            | 实验八十七 釉面砖表面耐磨性的测定·····       | 332        |
|            | 实验八十八 陶瓷材料的力学性能测定·····       | 335        |
|            | 实验八十九 陶瓷砖的抗冻性测试·····         | 339        |
|            | 实验九十 陶瓷化学稳定性的测定·····         | 341        |
| <b>第十篇</b> | <b>混凝土及新型建材工艺及性能实验·····</b>  | <b>345</b> |
|            | 实验九十一 粗集料压碎值实验·····          | 345        |
|            | 实验九十二 粗集料密度实验(网篮法)·····      | 346        |
|            | 实验九十三 粗集料堆积密度及空隙率实验·····     | 348        |
|            | 实验九十四 细集料表观密度实验(容量瓶法)·····   | 351        |
|            | 实验九十五 细集料堆积密度及紧装密度实验·····    | 353        |
|            | 实验九十六 细集料筛分实验·····           | 355        |
|            | 实验九十七 混凝土拌和物坍落度测定·····       | 357        |
|            | 实验九十八 混凝土拌和物湿表观密度测定·····     | 358        |

|         |                     |     |
|---------|---------------------|-----|
| 实验九十九   | 混凝土拌和物凝结时间测定        | 359 |
| 实验一百    | 混凝土泌水性实验            | 361 |
| 实验一百零一  | 混凝土抗压、抗折、劈裂抗拉强度实验   | 362 |
| 实验一百零二  | 混凝土力学性能的无损检验        | 365 |
| 实验一百零三  | 混凝土收缩实验             | 366 |
| 实验一百零四  | 混凝土抗渗性能实验           | 367 |
| 实验一百零五  | 混凝土抗冻性能实验           | 370 |
| 实验一百零六  | 混凝土碳化实验             | 371 |
| 实验一百零七  | 沥青针入度实验             | 374 |
| 实验一百零八  | 沥青延度实验              | 376 |
| 实验一百零九  | 沥青软化点实验(环球法)        | 377 |
| 实验一百一十  | 沥青混合料试件制作(击实法)      | 379 |
| 实验一百一十一 | 沥青混合料试件密度实验(表干法)    | 381 |
| 实验一百一十二 | 沥青混合料马歇尔稳定度及浸水马歇尔实验 | 383 |
| 第十一篇    | 综合性和设计性实验           | 385 |
| 实验一百一十三 | 材料工艺综合实验            | 385 |
| 实验一百一十四 | 材料性能综合性实验           | 387 |
| 附 录     |                     | 391 |
| 参考文献    |                     | 395 |



# 第一篇 实 验 方 法

## 第一节 实验设计方法

实验设计是数理统计学的一个重要分支。大多数数理统计方法主要用于分析已经得到的数据，而实验设计却是用于决定数据收集的方法。实验设计方法主要讨论如何合理地安排实验以及对实验所得的数据如何分析等。

实验设计方法，现今已被广泛地应用于各个领域。例如，在工厂，为了提高产品的产量，提高某有效成分的收率，改善产品的质量而进行的改变原料配比和工程条件的实验；在实验农场，为掌握作物取得最高产量和提高产品质量所需要的栽培条件而进行的品种对比实验、施肥方法对比实验、农药效果对比实验等。这些实验的目的是一样的，都是要弄清楚实验过程中自变量对于因变量影响的大小和趋势，有时还要寻找其最佳条件。实验设计方法常用的术语和符号定义如下。

### 1. 实验指标

实验指标指作为实验研究过程的因变量，常为实验结果特征的量（如收率、纯度等）。如图 0-1 所示的工厂实验时的例子。

### 2. 因素

因素指作为实验研究过程的自变量，常常是造成实验指标按某种规律发生变化的那些原因。如图 0-1 中所列的成分、温度等。常用 A、B、X 等符号表示。

### 3. 水平

水平指实验中因素所处的具体状态或情况，又称为等级。

表 0-1 给出了因素和水平的一个例子。若温度用 A 表示，则用下标 1、2、3……表示因素的不同水平，分别记为  $A_1$ 、 $A_2$ 、 $A_3$ ……

可见，有的因素的水平是由数量决定，有的因素的水平是由特定的质（品种、名牌、产地等）来决定。

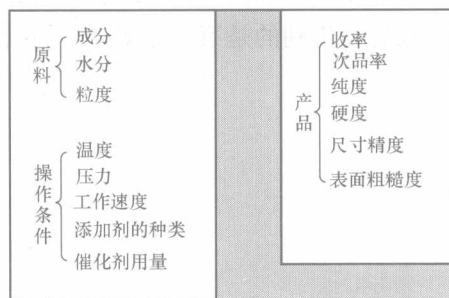


图 0-1 因素和实验指标的种类  
(工厂实验的例子)

表 0-1

因素和水平的例子

| 因 素   | 水 平                    |
|-------|------------------------|
| 温 度   | 100℃, 120℃, 140℃……3 水平 |
| 催化剂用量 | 4%, 5%, 6%, 7%……4 水平   |
| 原料的种类 | 甲, 乙……2 水平             |

## 一、正交实验设计方法

### (一) 正交实验设计方法的优点和特点

用正交表安排多因素实验的方法，称为正交实验设计法。我国 20 世纪 60 年代开始使用，70 年代得到推广。这一方法具有这样的特点：①完成实验要求所需的实验次数少。②数据点的分布很均匀。③可用相应的极差分析方法、方差分析方法、回归分析方法等对实验结果进行分析，引出许多有价值的结论。因此日益受到科学工作者的重视，在实践中获得了广泛的应用。

**【例 0-1】** 某化工厂想提高某化工产品的质量和产量，对工艺中三个主要因素各按三个水平进行实验（见表 0-2）。实验的目的是为了提高合格产品的产量，寻找最适宜的操作条件。

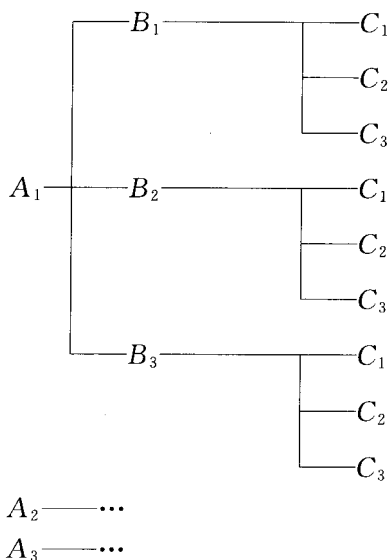
表 0-2

因素水平表

| 水 平 | 因 素 | 温度 (°C)              | 压力 (N/m <sup>2</sup> ) |
|-----|-----|----------------------|------------------------|
|     | 符 号 | A                    | B                      |
| 1   |     | A <sub>1</sub> (80)  | B <sub>1</sub> (5.0)   |
| 2   |     | A <sub>2</sub> (100) | B <sub>2</sub> (6.0)   |
| 3   |     | A <sub>3</sub> (120) | B <sub>3</sub> (7.0)   |

对此实例该如何进行实验方案的设计呢？

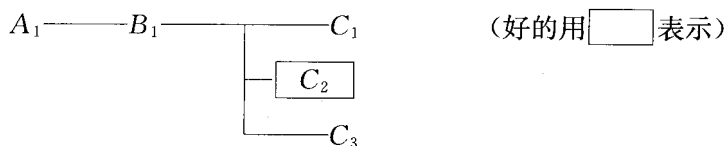
很容易想到的是第一方案（全面搭配法方案）：



此方案数据点分布的均匀性极好，因素和水平的搭配十分全面，唯一的缺点是实验次数多达  $3^3 = 27$  次。（指数 3 代表 3 个因素，底数 3 代表每因素有 3 个水平）

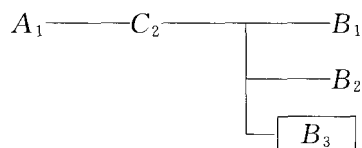
为节省费用而又快速出成果又提出了第二方案（简单比较法方案）：

先固定 A 和 B，只改变 C，观察因素 C 不同水平的影响。作了如下的三次实验



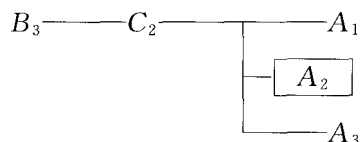
发现  $C=C_2$  的那次实验的效果最好, 合格产品的产量最高, 因此认为在后面的实验中, 因素  $C$  应取  $C_2$  水平。

固定  $A$  和  $C$ , 改变  $B$  的三次实验为



发现  $B=B_3$  的那次实验效果最好, 因此认为因素  $B$  宜取  $B_3$  水平。

固定  $B$  和  $C$ , 改变  $A$  的三次实验为



发现因素  $A$  宜取  $A_2$  水平。因此可以得出结论: 为提高合格产品的产量, 最适宜的操作条件为  $A_2B_3C_2$ 。与第一方案相比, 第二方案的优点是实验的次数少, 只需做 9 次实验。但必须指出, 第二方案的实验结果是不可靠的。因为, ①在改变  $C$  值 (或  $B$  值或  $A$  值) 的三次实验中,  $C_2$  (或  $B_3$  或  $A_2$ ) 水平最好是有条件的。在  $A \neq A_1$ ,  $B \neq B_1$  时,  $C_2$  水平不是最好的可能性是有的。②在改变  $C$  的三次实验中, 固定  $A=A_2$ ,  $B=B_3$  也是可以的, 故在第二方案中, 数据点分布的均匀性是毫无保障的。③用这种方法比较条件好坏时, 只是对单个的实验数据, 进行数值上的简单比较, 不能排除必然存在的实验数据误差的干扰。

第三方案是用正交实验设计方法, 用正交表来安排实验。

对于【例 0-1】适用的正交表  $L_9(3^4)$  及其实验安排见表 0-3。所有的正交表与  $L_9(3^4)$  正交表一样, 都具有下面两个特点:

表 0-3 正交表  $L_9(3^4)$  的应用

| 实验号 | 列 号 | 1                         | 2                            | 3                   | 4 |
|-----|-----|---------------------------|------------------------------|---------------------|---|
|     | 因 素 | 温度 ( $^{\circ}\text{C}$ ) | 压力 ( $\text{N}/\text{m}^2$ ) | 加碱量 ( $\text{kg}$ ) |   |
|     | 符 号 | A                         | B                            | C                   |   |
| 1   |     | 1 ( $A_1$ )               | 1 ( $B_1$ )                  | 1 ( $C_1$ )         | 1 |
| 2   |     | 1 ( $A_1$ )               | 2 ( $B_2$ )                  | 2 ( $C_2$ )         | 2 |
| 3   |     | 1 ( $A_1$ )               | 3 ( $B_3$ )                  | 3 ( $C_3$ )         | 3 |
| 4   |     | 2 ( $A_2$ )               | 1 ( $B_1$ )                  | 2 ( $C_2$ )         | 3 |
| 5   |     | 2 ( $A_1$ )               | 2 ( $B_2$ )                  | 3 ( $C_3$ )         | 1 |
| 6   |     | 2 ( $A_2$ )               | 3 ( $B_3$ )                  | 1 ( $C_1$ )         | 2 |
| 7   |     | 3 ( $A_3$ )               | 1 ( $B_1$ )                  | 3 ( $C_3$ )         | 2 |
| 8   |     | 3 ( $A_3$ )               | 2 ( $B_2$ )                  | 1 ( $C_1$ )         | 3 |
| 9   |     | 3 ( $A_3$ )               | 3 ( $B_3$ )                  | 2 ( $C_2$ )         | 1 |

(1) 在每一列中, 各个不同的数字出现的次数相同。在表  $L_9(3^4)$  中, 每一列有三个水平, 水平 1、2、3 都是各出现 3 次。

(2) 表中任意两列并列在一起形成若干个数字对, 不同数字对出现的次数也都相同。在表  $L_9(3^4)$  中, 任意两列并列在一起形成的数字对共有 9 个: (1, 1), (1, 2), (1, 3), (2, 1), (2, 2), (2, 3), (3, 1), (3, 2), (3, 3), 每一个数字对各出现 1 次。

这两个特点称为正交性。正是由于正交表具有上述特点, 就保证了用正交表安排的实验方案中因素水平是均衡搭配的, 数据点的分布是均匀的。这从图 0-2 中可以直观地看出。虽然数据点只有 9 个, 却非常均匀地分布在图中的各个平面和各条直线上。与  $A$  轴垂直的三个平面, 与  $B$  轴垂直的三个平面, 与  $C$  轴垂直的三个平面共九个平面内, 每一个平面内都正好含有 3 个数据点。图中与  $A$ 、 $B$ 、 $C$  轴平行的 27 条直线, 每一条直线上都正好含有一个数据点。

可见, 运用正交实验设计方法得出的第三方案, 不仅实验的次数少, 而且数据点分布的均匀性极好, 兼有第一和第二方案的优点。不难理解, 对第三方案的全部数据, 进行数理统计分析得出的结论的可靠性肯定会远好于第二方案。因素越多, 水平数越多, 运用正交实验设计方法, 减少实验次数的效益越明显。做一个 6 因素 3 水平实验, 若用因素水平全面搭配方法, 共需实验次数为  $3^6=729$  次; 若用正交表  $L_{27}(3^{13})$  来安排, 则只需做 27 次实验。

## (二) 因素之间的交互作用

### 1. 交互作用的定义

如果因素  $A$  的数值或水平发生变化时, 实验指标随因素  $B$  变化的规律也发生变化, 反之, 若因素  $B$  的数值或水平发生变化时, 实验指标随因素  $A$  变化的规律也发生变化, 则称因素  $A$ 、 $B$  间有交互作用, 记为  $A \times B$ 。

### 2. 交互作用的判别

**【例 0-2】** 在合成橡胶生产中, 催化剂用量和聚合反应温度是对转化率有重要影响的两个因素。判别这两个因素是否有交互作用, 基本方法是按表 0-4 所示的二元表, 做四次实验, 而后画出分析图 0-2。

表 0-4

交互作用  $A \times B$  的二元表

| 催化剂用量 $B$ (ml) | 转化率 $y$ (%)   |      |      |
|----------------|---------------|------|------|
|                | 聚合温度 $A$ (°C) | 30   | 50   |
| 4              |               | 84.8 | 96.2 |
| 2              |               | 87.6 | 75.5 |

由图 0-2 可知, 转化率随催化剂用量的变化规律, 因聚合反应温度的不同而差异很大。在聚合反应温度为 30°C 时, 转化率随催化剂用量的增大而减少; 在聚合反应温度为 50°C 时, 转化率却随催化剂用量的增大而增大。两直线在图中相交, 这是交互作用很强的一种表现。

若两因素间没有交互作用, 则出现在图 0-2 中的两直线应该是严格的互相平行。

若两直线不互相平行, 是不是就可以说“有交互作用”呢? 不能。因为实验数据的误差也会造成两直线不互相平行。为此请看 **【例 0-3】**。

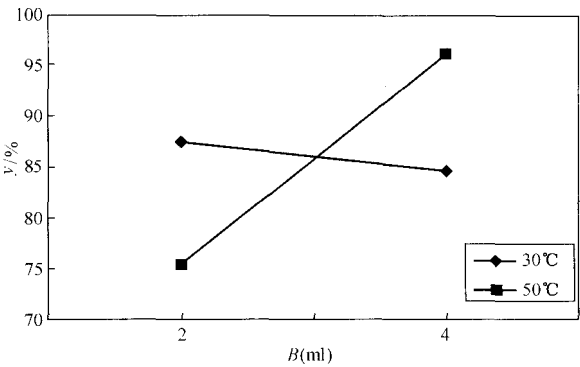


图 0-2 交互作用的 A × B

【例 0-3】 为判别合成橡胶生产中，催化剂用量 B 与聚合时间 C 两因素之间是否存在交互作用，为此，研究它们对转化率 y 的影响，进行了四次实验（见表 0-5）。

表 0-5 判别交互作用实验数据表

| 催化剂用量 B (ml) | 转化率 y (%) |      |      |
|--------------|-----------|------|------|
|              | 聚合物 C (h) | 0.5  | 1.0  |
| 4            |           | 90.3 | 95.1 |
| 2            |           | 84.2 | 89.7 |

从表中的数据可以得出

在因素 C=0.5h 时，直线的斜率 $\frac{\partial y}{\partial B}=\frac{90.3-84.2}{4-2}=3.05$

在因素 C=1.0h 时，直线的斜率 $\frac{\partial y}{\partial B}=\frac{95.1-89.7}{4-2}=2.70$

两直线的斜率不同，只能说有交互作用存在的可能性。交互作用是否真的存在，还必须做进一步的分析。

假设已得到转化率 y 相对误差的最大值  $[E_r(y)]_{\max}=0.03$ 。C=1.0，B=2 时，y 的实验值  $y_{\text{实验}}=89.7$ ，y 的计算值  $y_{\text{计算}}$  按下式计算。

$$y_{\text{计算}}=95.1+\left[\frac{\partial y}{\partial B}\right]_{C=0.5}\times(B_2-B_1)=95.1+3.05\times(2-4)=89.0$$

则  $y_{\text{实验}}$  与  $y_{\text{计算}}$  的相对偏差为

$$e_r(y_{\text{实验}},y_{\text{计算}})=\frac{(89.7-89.0)}{89.0}=0.79\times10^{-2}$$

因为  $y_{\text{实验}}$  对  $y_{\text{计算}}$  的相对偏差  $e_r$  小于 y 值相对误差的最大值，所以可以认为两直线的斜率不同，是由于实验数据的误差所致，可以得出“因素 B、C 间无交互作用”的结论。

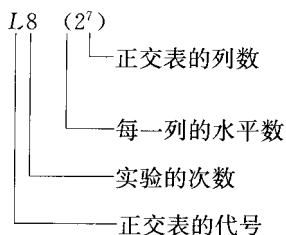
若实验的相对误差最大值尚未确定，判别因素之间对实验指标是否存在交互作用问题，可以在对实验结果进行数学分析时得到确认。

(三) 正交表

使用正交实验设计方法进行实验方案的设计，就必须用到正交表。常用的正交表见本书的附录 1。

### 1. 各列水平数均相同的正交表（可称单一水平正交表）

这类正交表名称的写法为



各列水平数均为 2 的常用正交表有：①  $L_4 (2^3)$ ；②  $L_8 (2^7)$ ；③  $L_{12} (2^{11})$ ；④  $L_{16} (2^{15})$ ；⑤  $L_{20} (2^{19})$ ；⑥  $L_{32} (2^{31})$ 。

各列水平数均为 3 的常用正交表有：①  $L_9 (3^4)$ ；②  $L_{27} (3^{13})$ 。

各列水平数均为 5 的常用正交表有： $L_{25} (5^6)$ 。

各列水平数均为 4 的常用正交表有： $L_{16} (4^5)$ 。

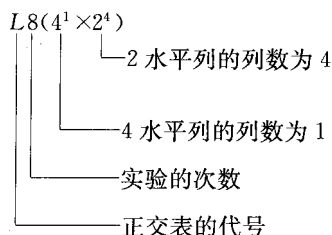
各列水平数均相同的正交表，允许进行三种初等置换：①表中的任意两列之间可以互相置换；②表中的任意两行之间可以互相置换；③同一列中任意两种水平记号之间可以互相置换。

经初等置换得到的一切新的正交表与置换之前的原来的正交表是等价的。

单一水平正交表均具有因素水平均衡搭配的特点。

### 2. 混合水平正交表

各列水平数不相同的正交表，称为混合水平正交表，下面就是一个混合水平正交表名称的写法为



以上写法常简写为  $L_8 (4 \times 2^4)$ 。此混合水平正交表含有 1 个 4 水平列，4 个 2 水平列，共有  $1+4=5$  列。

混合水平正交表同样具有单一水平正交表所具有的因素水平均衡搭配的特点。

#### （四）选择正交表的基本原则

一般都是先确定实验的因素、水平和交互作用，后选择适用的  $L$  表。在确定因素的水平数时，主要因素宜多安排几个水平，次要因素可少安排几个水平。

在选择  $L$  表时：

（1）先看水平数。若各因素全是 2 水平，就选  $L_*(2^*)$  表；若各因素全是三水平，就选  $L_*(3^*)$  表；若各因素的水平数不相同，就选择适用的混合水平表。

（2）每一个交互作用在正交表中应占一列或二列。要看所选的正交表是否足够大，能否容纳得下所考虑的因素和交互作用。为了对实验结果进行方差分析或回归分析，还必须至少留一个空白列，作为“误差”列，在极差分析中可作为“其他因素”列处理。

(3) 要看实验精度的要求。若要求高, 则宜取实验次数多的  $L$  表。

(4) 若实验费用很昂贵或实验的经费很有限或人力和时间都比较紧张, 则不宜选实验次数太多的  $L$  表。

(5) 在按原考虑的因素、水平和交互作用去选择正交表, 无正好适用的正交表可选时, 简便且可行的办法是适当修改原定的水平数。

(6) 在某因素或某交互作用的影响是否确实存在没有把握的情况下, 选择  $L$  表时常为该选大表还是小表而犹豫。若条件许可, 应尽量选用大表, 让影响存在的可能性较大的因素和交互作用各占适当的列。某因素或某交互作用的影响是否真的存在, 留到方差分析做显著性检验时再做结论。这样既可以减少实验的工作量, 又不至于漏掉重要的信息。

#### (五) 正交表的表头设计

所谓表头设计, 就是确定实验所考虑的因素和交互作用, 在正交表中该放在哪一列的问题。

(1) 有交互作用时, 表头设计则必须严格地按规定办事。

#### 【例 0-4】 乙酰胺苯磺化反应实验。

实验目的: 希望提高乙酰胺苯的收率。

因素和水平: 有四个二水平的因素 (见表 0-6)。

表 0-6

例 0-4 因素和水平表

| 因素   | 反应温度 ( $^{\circ}\text{C}$ ) | 反应时间 (h)  | 硫酸浓度 (%)   | 操作方法               |
|------|-----------------------------|-----------|------------|--------------------|
| 符号   | $A$                         | $B$       | $C$        | $D$                |
| 水平 1 | $A_1 = 50$                  | $B_1 = 1$ | $C_1 = 17$ | $D_1 = \text{搅拌}$  |
| 水平 2 | $A_2 = 70$                  | $B_2 = 2$ | $C_2 = 27$ | $D_2 = \text{不搅拌}$ |

考虑到反应温度与反应时间可能会有交互作用, 反应温度与硫酸浓度也可能有交互作用, 两者可分别用代号  $A \times B$  和  $A \times C$  表示。试选择合适的正交表, 并进行表头设计。

因为 4 个因素均为 2 水平, 2 个交互作用需占 2 列, 为方差分析应至少留一个空白列作为误差列, 所以可选择正交表  $L_8 (2^7)$ 。

此处, 表头设计的重点是搞清各个交互作用该放在哪一列。

方法之一: 使用附录 1 正交表  $L_8 (2^7)$  后面的“ $L_8 (2^7)$  二列间交互作用表” (见表 0-7)。

表 0-7

$L_8 (2^7)$  二列间交互作用表

| 列号  | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 6   | 7   |
|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|-----|
| (1) |     |     |     |     |     | 7   | 6   |
| (2) |     |     |     | 5   | 4   | 4   | 5   |
| (3) |     | 3   | 2   | 6   | 7   | 5   | 4   |
| (4) | (1) | (2) | 1   | 7   | 6   | 2   | 3   |
| (5) |     |     | (3) | (4) | 1   | 3   | 2   |
| (6) |     |     |     |     | (5) | (6) | 1   |
| (7) |     |     |     |     |     |     | (7) |

因为考虑的交互作用是  $A \times B$  和  $A \times C$ ，所以宜先考虑  $A$ 、 $B$ 、 $C$  及其交互作用的安排，暂不考虑  $D$  的安排。表 0-8 是本例题表头设计的结果。其中方案 1 的思路为：①先将因素  $A$ 、 $B$  分别放在第 1、2 列。②第 1 列和第 2 列的交互作用  $A \times B$  该放在哪一列？在表 7 所示的  $L_8(2^7)$  二列间交互作用表中，从最左边的列号“(1)”向右画水平线，从最上面的列号“2”向下画垂直线，所画两直线交点处的“3”就是交互作用  $A \times B$  的列号。③将因素  $C$  放在第 4 列。④第 1 列和第 4 列的交互作用  $A \times C$  该放在哪一列？由  $L_8(2^7)$  二列间交互作用表知， $A \times C$  应放在第 5 列。⑤因素  $D$  该放在哪一列？因为无与  $D$  有关的交互作用，故放在第 6 或第 7 列均可。方案 2 的思路为：①将  $A$ 、 $B$  分别放在第 7、6 列。②由  $L_8(2^7)$  二列间交互作用表知第 6、7 的交互作用  $A \times B$  应放在第 1 列。③将  $C$  放在第 5 列。④将第 5、7 列的交互作用  $A \times C$  放在第 2 列。⑤将  $D$  放在第 4 列或第 3 列均可。

表 0-8

例 0-4 的表头设计结果

| 方 案 | 第 1 列        | 第 2 列        | 第 3 列        | 第 4 列 | 第 5 列        | 第 6 列 | 第 7 列 |
|-----|--------------|--------------|--------------|-------|--------------|-------|-------|
| 1   | A            | B            | $A \times B$ | C     | $A \times C$ | D     | 误差    |
| 2   | $A \times B$ | $A \times C$ | 误差           | D     | C            | B     | A     |

方法之二：采用附录 1 中所列的正交表  $L_8(2^7)$  后面的“ $L_8(2^7)$  表头设计”表（见表 0-9）。

表 0-9

$L_8(2^7)$  表头设计

| 列号<br>因素数 | 1                 | 2                 | 3                            | 4                 | 5                            | 6                                 | 7                 |
|-----------|-------------------|-------------------|------------------------------|-------------------|------------------------------|-----------------------------------|-------------------|
| 3         | A                 | B                 | $A \times B$                 | C                 | $A \times C$                 | $B \times C$                      |                   |
| 4*        | A                 | B                 | $A \times B$<br>$C \times D$ | C                 | $A \times C$<br>$B \times D$ | $B \times C$<br>$A \times D$      | D                 |
| 4         | A                 | B<br>$C \times D$ | $A \times B$                 | C<br>$B \times D$ | $A \times C$                 | D<br>$B \times C$                 | $A \times D$      |
| 5         | A<br>$D \times E$ | B<br>$C \times D$ | $A \times B$<br>$C \times E$ | C<br>$B \times D$ | $A \times C$<br>$B \times E$ | D<br>$A \times E$<br>$B \times C$ | E<br>$A \times D$ |

注 \* 【例 0-4】采用此表头设计。

本例题的因素数为 4，应取表 9 中因素数为 4 的上行还是下行？这决定于实验者实验研究的重点是什么？若实验者认为对实验指标影响最大的是 4 个单因素  $A$ 、 $B$ 、 $C$ 、 $D$  和交互作用  $A \times B$ 、 $A \times C$ ，它们是实验研究的重点，应尽量避免因表头设计混杂而影响实验结果的分析，则宜取表 0-9 中因素数为 4 的上一行，作为表头设计。本例题即属于这种情况。

若实验者认为交互作用  $A \times B$ ， $A \times C$ ， $A \times D$  对实验指标的影响远大于其他的交互作用，特别希望得到它们对指标影响的较可靠的信息，则宜取表 0-9 中因素数为 4 的下一行作为表头设计。

若将本例题改为希望能够不受干扰地考察 4 个因素及其所有的两两交互作用对实验指标的影响，则由表 0-9 可以看出，选  $L_8(2^7)$  表是不可能办到的。为此可选正交表  $L_{16}$



( $2^{15}$ )。由附录 1 表  $L_{16}$  ( $2^{15}$ ) 的表头设计得知, 因素数为 4 时的表头设计见表 0-10。

表 0-10 因素数为 4 时  $L_{16}$  ( $2^{15}$ ) 的表头设计

| 列号 | 1 | 2 | 3            | 4 | 5            | 6            | 7  | 8 | 9            | 10           | 11 | 12           | 13 | 14 | 15 |
|----|---|---|--------------|---|--------------|--------------|----|---|--------------|--------------|----|--------------|----|----|----|
| 符号 | A | B | $A \times B$ | C | $A \times C$ | $B \times C$ | 空列 | D | $A \times D$ | $B \times D$ | 空列 | $C \times D$ | 空列 | 空列 | 空列 |

二水平两因素之间的交互作用只占一列, 而三水平两因素之间的交互作用则占两列。 $m$  水平两因素间的交互作用要占  $m-1$  列。表 0-11 是  $L_{27}$  ( $3^{13}$ ) 表头设计的一部分。因素数和水平数均为 3 时, 交互作用  $(B \times C)_1$  和  $(B \times C)_2$  分别在第 8、11 列, 所以交互作用  $B \times C$  对指标影响的大小应用第 8、11 两列来计算。

表 0-11  $L_{27}$  ( $3^{13}$ ) 表头设计的一部分

| 列号<br>因素数 | 1 | 2 | 3                | 4                | 5 | 6                | 7                | 8                | 9  | 10 | 11               | 12 | 13 |
|-----------|---|---|------------------|------------------|---|------------------|------------------|------------------|----|----|------------------|----|----|
| 3         | A | B | $(A \times B)_1$ | $(A \times B)_2$ | C | $(A \times C)_1$ | $(A \times C)_2$ | $(B \times C)_1$ | 空列 | 空列 | $(B \times C)_2$ | 空列 | 空列 |
| .....     |   |   |                  |                  |   |                  |                  |                  |    |    |                  |    |    |

(2) 若实验不考虑交互作用, 则表头设计可以是任意的。例如, 在【例 0-1】中, 对  $L_9$  ( $3^4$ ) 的表头设计, 表 0-12 所列的各种方案都是可用的。

表 0-12  $L_9$  ( $3^4$ ) 表头设计方案

| 列号<br>方案 | 1 | 2 | 3 | 4 |
|----------|---|---|---|---|
| 1        | A | B | C | 空 |
| 2        | 空 | A | B | C |
| 3        | C | 空 | A | B |
| 4        | B | C | 空 | A |
| .....    |   |   |   |   |

但是正交表的构造是组合数学问题, 必须满足 (一) 中所述的特点。实验之初不考虑交互作用而选用较大的正交表, 空列较多时, 最好仍与有交互作用时一样, 按规定进行表头设计 (比如用表 0-7)。只不过将有交互作用列先视为空列, 待实验结束后再加以判定。

#### (六) 正交实验的操作方法

(1) 分区组。对于一批实验, 如果要使用几台不同的机器, 或要使用几种原料来进行, 为了防止机器或原料的不同而带来误差, 从而干扰实验的分析, 可在开始做实验之前, 用  $L$  表中未排因素和交互作用的一个空白列来安排机器或原料。

与此类似, 若实验指标的检验需要几个人 (或几台仪器) 来做, 为了消除不同人 (或仪器) 检验的水平不同给实验分析带来干扰, 也可采用在  $L$  表中用一空白列来安排人或仪器的办法。

这种办法叫做分区组的办法。

(2) 因素水平表排列顺序的随机化。在【例 0-1】和【例 0-4】等常见的例题中, 每个因素的水平序号从小到大时, 因素的数值总是按由小到大或由大到小的顺序排列。按正交