

“十三五”普通高等教育本科规划教材

高分子材料加工实验

刘弋潞 主 编

Experiments of
Polymer Materials Processing



化学工业出版社

“十三五”普通高等教育本科规划教材

高分子材料加工实验

刘弋潞 主 编



化学工业出版社

·北京·

高分子材料加工实验课程是高等院校理工科材料类相关专业学生必修的一门重要专业实验课程。本书主要包括高分子材料性能测试与表征实验、高分子材料成型与加工实验、综合与设计性实验等。

本书反映以工为主的指导思想并体现高分子材料加工特色,内容全面丰富,凸显现代化测试表征技术及成型加工方法、最新标准以及高分子材料的最新研究成果。通过本书,学生不仅能掌握分析测试产品的性能、加工实验程序和新产品开发等知识,而且能提高分析解决有关工程技术问题的能力,为今后从事相关专业工作打下良好的基础。

本书除了可作理工院校材料类等相关专业实验教材外,还可供从事材料类相关领域的研究工作人员参考。

图书在版编目 (CIP) 数据

高分子材料加工实验/刘弋潞主编. —北京: 化学工业出版社, 2017. 8

“十三五”普通高等教育本科规划教材

ISBN 978-7-122-30182-6

I. ①高… II. ①刘… III. ①高分子材料-加工-实验-高等学校-教材 IV. ①TB324-33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2017) 第 164138 号

责任编辑: 王 婧 杨 菁

文字编辑: 陈 雨

责任校对: 边 涛

装帧设计: 史利平

出版发行: 化学工业出版社 (北京市东城区青年湖南街 13 号 邮政编码 100041)

印 刷: 三河市航远印刷有限公司

装 订: 三河市瞰发装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 10 字数 241 千字 2018 年 1 月北京第 1 版第 1 次印刷



购书咨询: 010-64518888 (传真: 010-64519686) 售后服务: 010-64518899

网 址: <http://www.cip.com.cn>

凡购买本书, 如有缺损质量问题, 本社销售中心负责调换。

定 价: 29.00 元

版权所有 违者必究

《高分子材料加工实验》编写人员

主 编 刘弋潞

副主编 高永辉 施亚琤 周子凡 叶秀芳

编写人员 (以姓氏笔画为序)

王 涛 叶秀芳 刘弋潞 许 锋

张朋军 陈燕玉 周子凡 段富华

施亚琤 高永辉

前言

FOREWORD

高分子材料加工实验是一门材料类专业学生必修的专业实验课。本书主要内容包括：高分子材料性能测试与表征实验、高分子材料成型与加工实验、综合与设计性实验和附录等。其中，高分子材料性能测试与表征实验主要包括力学性能、热性能、燃烧性能、光学性能、塑化性能、润湿性能以及红外光谱分析、差热分析、扫描电子显微镜法观察聚合物聚集态结构等；高分子材料成型与加工实验主要包括原材料的配置、配方的设计、物料的混合及塑炼、模压成型、热成型、搪塑成型、手糊成型、注射成型、3D 打印机耗材挤出成型等；综合与设计性实验主要包括高分子材料 3D 打印实验、可生物降解材料、可剥离保护膜、相变储能材料、共混改性复合材料、隔热涂料及医用温敏型凝胶的制备与性能测试等方面的实验；附录主要包括材料加工及性能检测的最新标准、常用数据表等。本教材除了可作理工科院校材料类专业实验教材外，还可供材料相关领域的研究工作人员参考。

本教材由佛山科学技术学院刘弋潞主编，其中，第一章由刘弋潞和施亚琤编写；实验一～实验七、实验十四、实验二十七～实验三十由刘弋潞编写；实验八、实验九、实验十二、实验十三及实验三十一由高永辉、刘弋潞编写；实验十、实验十一由叶秀芳、刘弋潞编写；实验十五由叶秀芳、刘弋潞、许锋编写；实验十六及实验三十二由叶秀芳编写；实验十七、实验十八由段富华和施亚琤编写；实验十九由施亚琤和陈燕玉编写；实验二十～实验二十六由周子凡、刘弋潞编写；实验三十三由王涛编写；附录由刘弋潞、施亚琤、许锋、叶秀芳和张朋军编写。

本教材在编写过程中得到了佛山科学技术学院及佛山佛塑科技股份有限公司的支持，此书的编写是佛山科学技术学院与佛山佛塑科技股份有限公司校企协同共建功能高分子协同创新中心和高分子材料加工实验室的重要举措之一，谨此一并表示感谢。

由于编者水平有限，难免存在疏漏，恳请读者批评和指正。

编者

2017年1月6日

目录

CONTENTS

第一章 高分子材料加工实验基础知识 1

第二章 高分子材料性能测试与表征实验 12

实验一 试样制备	12
实验二 拉伸强度测定	17
实验三 压缩强度测定	24
实验四 弯曲强度测定	27
实验五 剪切强度测定	31
实验六 直角撕裂强度测定	33
实验七 冲击强度测定	35
实验八 塑料熔体流动性的测定	42
实验九 转矩流变曲线的测定	46
实验十 维卡软化温度和热变形温度的测定	50
实验十一 马丁耐热性的测定	55
实验十二 塑料的热老化实验	57
实验十三 水平燃烧和垂直燃烧实验	59
实验十四 红外光谱分析	62
实验十五 差热分析	69
实验十六 扫描电子显微镜法观察聚合物聚集态结构	76
实验十七 固体表面接触角的测定	80
实验十八 固体表面自由能的测定	83
实验十九 塑料薄膜防雾性的测定	86

第三章 高分子材料成型与加工实验 90

实验二十 热塑性塑料混合、塑炼与模压成型	90
实验二十一 热固性塑料模压成型	96
实验二十二 塑料的热成型	99
实验二十三 搪塑成型	102

实验二十四	手糊成型	105
实验二十五	热塑性塑料注射成型	108
实验二十六	3D 打印机耗材挤出成型	116

第四章 综合与设计性实验 122

实验二十七	高分子材料 3D 打印实验	122
实验二十八	可生物降解材料的制备与性能测试	125
实验二十九	可剥离保护膜制备与性能测试	128
实验三十	相变储能材料的制备与性能测试	131
实验三十一	共混改性复合材料的制备与性能测试	133
实验三十二	隔热涂层的制备与性能测试	135
实验三十三	医用温敏型凝胶的制备与表征	139

附录 144

附录一	部分高分子材料加工及性能检测的国家标准、行业标准	144
附录二	常见聚合物的密度	146
附录三	部分聚合物的玻璃化转变温度(T_g)和熔点(T_m)	146
附录四	塑料、纤维、橡胶的缩写语	147

参考文献 150

第一章

高分子材料加工实验基础知识

高分子材料加工实验是一门材料专业学生必修的专业实验课，旨在完成高分子化学、高分子物理、高分子材料、聚合物加工原理、复合材料、CAD 制图等专业课程后，进一步系统学习高分子材料性能测试与加工成型等方面的知识，使学生掌握材料加工过程中表现出的形状、结构和性质等方面的变化；掌握加工的各种形式，如挤出、注射、压延、模压、真空成型及 3D 打印成型等。

从高分子材料制品的设计和应用角度看，高分子材料的原材料、组成、制备方法等的多样化会影响高分子材料性能，表现为不稳定、分散性较大；加工工艺、设备、工艺参数和操作人员实验误差会影响高分子材料性能；高分子材料分子量、分子量分布、结晶和取向的变化，使产品的设计、计算方法、设计准则和检验方法存在一定的差异。因此，需通过高分子材料加工实验，探究有关影响性能的主要原因。

该课程有助于学生了解和掌握有关原材料选择、性能设计、结构设计、工艺设计、加工和性能检测等方面的实验知识；了解实验设备和实验仪器的结构、实验原理，掌握正确的操作方法；准确地测定、计算和分析实验数据或曲线；通过影响因素的测试，分析材料性能与结构的关系、材料性能与加工成型工艺参数的关系；有助于培养学生进行高分子材料改性及加工工艺研究、设计、分析测试、开发新型高分子材料及产品的初步能力；有助于提高学生分析、解决本专业有关工程技术问题的能力，为学生将来从事高分子材料的生产 and 科研工作打下必要的理论基础。

一、高分子材料加工实验的意义和方法

1. 高分子材料加工实验的意义

随着对高分子材料的微观结构与宏观性能（如材料的力学性能、物理性能、热性能、电性能）等相互关系的不断了解，高分子材料已深入到国防、航空航天、汽车制造、电子信息、农业、交通运输、能源、计算机制造、通信器材、医疗卫生、生物医用设备、建材、家电以及人们的日常生活，品种达万种以上，尤其是尖端科学、航天飞机、人造地球卫星、洲际导弹、核潜艇等领域。高分子新材料、新技术的研究和开发都是以高分子材料实验技术为基础，通过性能指标的测试，加以验证。因此，高分子材料加工实验及其性能测试技术是提高高分子材料科学技术水平必不可少的手段。

高分子材料制品需要通过性能测试技术来选择合理、经济、先进的工艺参数和生产控制指标；通过性能测试，发现生产、工艺中的问题，并加以调整优化控制指标。因此，高分子材料加工实验及性能测试是科学管理生产的重要技术手段。

高分子材料性能测试为改进制品的配方，改善产品的结构，延长使用寿命，提高标准水平等提供了必要的数据和理论依据。按照标准，加工产品并测试产品的各种性能指标，以保证产品的质量和全面反映制品的实际性能，防止不合格产品出现。因此，高分子材料加工实验及性能测试是提高和保证产品质量的重要手段。

高分子材料的品种日益繁多，制品的成型方法与工艺不断发展，材料的应用范围不断扩大。高分子材料的性能测试、分析和加工成型，是评价和应用各种新型高分子材料的必然手段，对研究新型材料的结构特点与组成等有着重要意义。

2. 常见的高分子材料加工实验方法

一般将通用高分子材料分为塑料、橡胶、纤维、复合材料、涂料和黏合剂等。其加工方式、应用场合和测试方法虽有区别，但其本质是一致的，都符合高分子材料的特性。

高分子材料加工实验主要包括高分子材料性能测试与表征实验、高分子材料成型加工实验和综合设计创新性实验等。

高分子材料的成型方法很多，主要有原材料的配置、配方的设计、混合及塑炼、模压成型、热成型、搪塑成型、手糊成型、注射成型、挤出成型、吹塑成型、压延成型、3D 打印成型等。

高分子材料性能测试与表征涉及的内容较多，主要包括原材料的检验、力学性能、热性能、燃烧性能、光学性能、塑化性能、润湿性能以及红外光谱鉴定聚合物、差热分析鉴定聚合物、扫描电子显微镜法观察聚合物聚集态结构等。

原材料的检验：材料的熔体流动速率、分子量及其分布、颗粒大小、密度等。

材料的力学性能：拉伸强度、断裂强度、弹性模量、弯曲强度、冲击强度、直角撕裂强度、硬度等。

材料的热性能：熔点、玻璃化转变温度、脆化温度、维卡软化温度、线膨胀系数、热变形温度等。

材料的燃烧性能：氧指数、水平燃烧和垂直燃烧实验等。

材料的光学性能：透光率、防雾性等。

材料的塑化性能：转矩流变曲线等。

材料的润湿性能：高分子薄膜（如 PP、PE、PET、PA 等）表面接触角和自由能等。

3. 测试方法标准化

为保证原材料质量和成型过程中的质量控制，使每一次检验的结果可靠，同一性能实验数据具有可比性，每一个性能测试实验的实验方法、实验步骤、数据处理、结果计算等应严格遵守统一的规定，不仅要严格按照相应的国家标准进行安排和设计，而且在实验结果中要注明该实验方法的国家标准号，按照标准化进行科学研究和生产实践。高分子材料加工及性能检测的国家标准、行业标准见附录一。

二、高分子材料配方设计方法

高分子材料配方设计方法是指配方中各种添加剂加入量的确定，实验步骤、变量选择和

变量范围的确定。

高分子材料制品是一个多组分的体系，各组分之间可能存在复杂的化学和物理作用。利用计算机辅助设计以及仪器分析测试技术，可以了解配方体系中各组分的微观结构与性能之间的关系，研究加工和使用过程中可能发生的化学反应。通过 Pro/ENGINEER 等软件建模和分析，以最低的成本、实验次数、工作量和最高的工作效能确定最佳配方，并准确地预测产品的性能，简化实验程序，加速新产品开发。目前，配方设计还依赖于经验和实验。

因素（亦称因子）水平（亦称位级）是配方设计中最频繁使用的两个术语。因素是指影响材料性能指标的因子，如原材料、工艺参数等；水平是指每个因素可能处于的状态。水平可以是原材料的品种、添加量或工艺参数等，水平值可由经验或一些探索性实验确定。各水平值间应有合理的差距（步长）。

1. 配方设计时考虑的因素

(1) 配方设计包括高分子化合物、增塑剂、热稳定剂、抗氧剂、光稳定剂、润滑剂、填充剂、阻燃剂等多因素变量的问题，单因素变量设计较少。

(2) 各因素的水平数或多或少，一般按正交试验设计。

(3) 各原料之间的协同作用或加和作用等交互作用明显。

(4) 同批试样，工艺条件应相同，以排除原材料、配方、工艺条件、设备、产品结构设计等工艺因素的影响。当工艺条件起决定作用时，可将其作为独立的因素列入实验设计中。

(5) 原材料称量、工艺条件、加料程序、测试方法和计量等累积形成了实验误差。当实验误差的影响大于配方设计中任何一个因素的影响时，整批实验要考虑重来，尽量减小累积误差。

(6) 通过统计数学、线性规划、运筹学等最优化计算，与经验规律相结合，以发挥最佳效能。

2. 配方设计方法

(1) 单因素变量配方设计方法 此法适用于制品性能只受一个因素（添加剂）影响的配方。也可用于多因素变量的实验，即先改变一个因素，固定其他因素，以求得此因素的最佳值；然后改变另一个因素，固定其他因素，如此轮换，找出最佳配方。此法适用于在实验范围内，制品有一定的物理性能指标（目标函数是单调的），一般采用消去法来确定：在搜索区间内任取两点，比较它们的函数值，舍去一个。在缩小的搜索区间内进行下一步实验，使区间缩小到允许误差之内。采用的方法有以下几种。

① 爬山法（逐步提高法） 即起点位置、实验范围和步长的选择。起点一般为原生产配方或一个凭经验估计的配方。步长开始时可大些，接近最佳点时改小些。在起点分别向原材料增加和减小的方向做两个实验。哪一点好，就向哪一方向做实验，达到某点，再增加或减少效果反而不好，这一点即为寻找的最佳点。此法较稳妥，对经验依赖大，但接近最佳范围的速度慢。适于工厂小幅度调整配方，对生产影响较小。

② 黄金分割法（0.618 法） 即在实验范围内的 0.618 处及其对应点（0.382 处）分别做一实验，比较两个结果，舍去坏的部分。在缩小的区间内，继续在已试范围的对称点再实验比较，再取舍，以达到目标点。此法须保持每次实验的原材料和工艺条件一致。此法每次可去掉实验范围的 0.382，可用较少的实验快速找出最佳变量范围，适于推广。

③ 平分法（对分法） 每次实验取在试验范围的中点，实验后，去掉实验范围的一半，再进行下一次实验，直至逼近最佳点。此法实验速度快，取点也极方便。

④ 分批实验法 分为均分分批实验法和比例分割实验法两种。前者是在实验范围内均匀安排每批实验，比较结果，留下好的结果，再做下一批实验，找到最佳的配方范围。此法实验总时间短且快，但实验次数多。后者区别在于实验点按一定比例安排。由于实验效果及实验误差等导致鉴别困难，仅使用于原材料添加量变化较小，而制品物理性能变化显著时。

⑤ 抛物线法 用其他方法缩小了实验区间后，再进一步更精确实验。它是利用做过3点实验后的3个数据，作此3点的抛物线，取抛物线顶点横坐标作下次实验数据依据，如此连续实验而达目标。

⑥ 分数法（斐波那契搜集法） 适合于单峰函数的方法，比黄金分割法更方便。斐波那契数为1, 1, 2, 3, 5, 8, 13, 21, 34, 55, 89, 144, …（即后一个数是前两个数之和）。当以前一个数为分子，后一个数为分母，则得一批渐进分数：1/2, 2/3, 3/5, 5/8, 8/13, 13/21, 21/34, 34/55, …。如在实验范围内，由一些不连续的、间隔不等的点组成，实验点只能取某些特定点时，可用分数法进行实验，一旦确定第一个实验点后，可用黄金分割法安排实验。

(2) 多因素变量配方设计方法 多因素变量配方是指有两个或两个以上因素（如添加剂的加入量）影响制品性能的配方。

① 正交设计法 此法是根据应用数学统计原理进行科学安排与分析多因素变量的一种实验方法。其优点是大大减少实验次数，因素越多，减少程度越明显。如采用单因素轮换法（即每次改变一个因素，固定其他因素进行实验）对三因素、三水平的实验，需进行 $3 \times 3 \times 3 = 27$ 次实验，而用正交设计法，只需6次即可。

一个典型的正交表可用下式表达：

$$L_M(b^k) \quad (1)$$

式中 L——正交表的符号；

k——因素数；

b——每个因素所取的水平数；

M——实验次数，可由经验确定。除去某些例外，一般对于二水平实验， $M = k + 1$ ，对于三水平实验， $M = b(k - 1)$ 。

常用的典型正交表有：

二水平： $L_4(2^3)$ 、 $L_8(2^7)$ 、 $L_{12}(2^{11})$ 等；

三水平： $L_6(3^3)$ 、 $L_9(3^4)$ 、 $L_{18}(3^7)$ 等；

四水平： $L_{16}(4^5)$ 等。

一般用拉伸强度、冲击强度、硬度、耐热温度、氧指数及产品合格率等指标，来衡量实验结果好坏。常用直观分析法和方差分析法等分析。前者是比较每个水平几次实验所得指标的平均值，得出每个因素的最佳水平。将几个因素的最佳水平组合，即为最佳配方或工艺条件；通过计算每个因素不同水平所取得不同指标值差，指标值差大的因素，即为对指标最有影响的因素。此法直观、简便，但不能区分因素与水平作用的差异。方差分析法是通过偏差的平方和及自由度等计算，将因素和水平的变化引起实验结果间的差异与误差的波动区分开来。此法计算结果精确，对下一步实验或投入生产的可靠性增大，但较为烦琐。

② 中心复合实验算法(回归分析法) 即在中心点进行许多重复实验,建立自变量(如配方组分)与因变量(如制品物理性能参数)之间关系的一种数学表达式(回归方程式)。可用一个二次多元式表示产品性能参数与添加剂用量的关系,求出数个回归系数,进行线性变换,按设计表进行实验,在中心点做重复实验,再进行显著性统计检验或利用数学模型进行研究。

此法可确定几个特定配方因素之间的相关性。如无相关性,可单独处理每个因素问题;如有相关性,可找出合适的数学式。根据几种制品的性能指标值,预测一个或几个配方因素变量的值,或根据一个或几个配方因素变量值,预测性能指标的范围,指出这些因素之间的相互关系,找出主要因素、次要因素或可忽略的因素。通过方程式求出所需性能的配方因素最佳组合,探讨各配方因素对性能的影响,从而预测物理性能。

(3) 配方的表示方法及实例

① 以高分子化合物为 100 份的配方表示法 即以高分子化合物质量为 100 份,其他组分以相对于高分子化合物的质量份表示,此法计量简便,应用广泛,适于工业生产、大多数科研的配方表示。

② 以混合料为 100 份的配方表示法 即以高分子化合物及各种添加剂的混合料总质量为 100 份,各组分以质量分数表示。此法对计算原材料消耗、定额指标等较方便,便于成本核算及定价。

例如,阻燃 PVC 制品配方有两种表示方法,见表 1。

表 1 阻燃 PVC 制品配方的两种表示方法

组 分	以高分子化合物质量为 100 份的 表示法/份	以混合料质量为 100 份的 表示法/%
PVC	100	$100/230 \times 100\% = 43.48$
氢氧化铝	25	$25/230 \times 100\% = 10.87$
三氧化二锑	8	$8/230 \times 100\% = 3.48$
硼酸锌	10	$10/230 \times 100\% = 4.35$
聚己内酯	25	$25/230 \times 100\% = 10.87$
三盐基硫酸铅	3	$3/230 \times 100\% = 1.30$
二盐基亚磷酸铅	2	$2/230 \times 100\% = 0.87$
DOP	37	$37/230 \times 100\% = 16.08$
DBP	20	$20/230 \times 100\% = 8.70$
总计	230	100.00

③ 以混合料体积为 100 份表示的配方 若各种组分密度已知,可以高分子化合物为 100 份的配方进行换算,然后归一即可。常用于按体积计算成本。

④ 生产配方 即按设备的生产能力,计算各组分每次的投料质量数。该法便于直接计量,符合生产实际。

三、数据处理

为使实验数据具有可靠性,应正确处理高分子材料加工实验数据,主要包括测量的精确度、误差、测得值的有效位数等几个方面。

1. 测量误差

测量是指为了确定被测对象的量值而进行的实验过程。

在 高分子材料加工实验 中，最常见为计量器具的示值法。按这种方法进行测量时可能存在器具误差（器具本身所具有的误差）、调整误差（测量前未能将计量器具或被测件调整在正确位置或状态所造成的误差）、观测误差、读数误差、视差和估读误差。因此，测量结果与被测量真值之间存在差值，即测量误差。

测量误差可以用绝对误差或相对误差来表示。

绝对误差 = 测量结果 - 被测量的真值

相对误差 = 绝对误差 / 被测量的真值

为便于分析测量结果，由测量方法所引入的因素或在偏离测量规定条件时按照某确定规律引起的误差称为系统误差。理论上，对已定系统误差可用修正值来消除。测量结果中的系统误差大小可用测量的正确度表示。

在实际测量条件下，多次测量同一量值时，误差的绝对值和符号以不可预定方式变化着的误差，称为随机误差。测量的精密度，即在一定条件下进行多次测量时，所得测量结果彼此之间的符合程度，表示测量结果中随机误差大小的程度。也用正态分布描述随机误差及其概率的分布情况。

2. 近似数

测量值及对其进行计算的所得值均为近似值（也称为近似数）。故在处理实验数据时，需合理取舍所得数字的位数。

(1) 近似数截取 常用“四舍六入；五看情况，奇进偶余”法截取近似数。此法截取近似数所引入的误差，就其绝对值来讲，不会超过截取到第 n 个数位上的半个单位。例如 7.1546，截取到第 3 位和截取到第 4 位，其误差的绝对值为：

$$|7.155 - 7.1546| = 0.0004 < 0.5 \times 0.001 = 0.0005$$

(2) 有效数字确定 有效数字是指当截得近似数的绝对误差是末位上的半个单位时，这个近似数从第 1 个不为零的数字起，到这个数位止的所有数字。一个近似数有几个有效数字，即有几个有效位数。例如 7.155 为四位有效数，7.1546 为五位有效数。

在处理实验数据时，有效数字后的绝对误差一定要与测量精度相一致。

(3) 近似数的运算 近似数经过加、减、乘、除、乘方和开方运算后，其有效数字应按以下规则确定。

① 对于近似数相加（加数不超过 10 个）或相减：小数位数较多的近似数，应比小数位数最少的那个数多保留一位，其余按“四舍六入”法均将它们舍去，再进行运算。计算结果应保留的位数的位数和原来近似数的小数位数最少的那个数的位数相同。

② 当两个近似数相乘或相除时，有效数字较多的近似数，应比有效数字少的那个多保留一位，其余的均舍去。计算结果应保留的位数的位数：从第一个不是零的数字起，和原来近似数里有效数字最少的那个相同。

③ 对近似数进行乘方或开方时，计算的结果应保留的数字：从第 1 个不是零的数字起，和原来近似数的有效数字的位数相同。

④ 在 多步运算 时，中间步骤计算的结果，所保留的数字要比上面的规定多取一位。

⑤ 对一些无穷小数（无理数）参与的运算，则应需而取。

求算术平均值时，如果是四个以上的数进行平均，则平均值的有效位数可多取一位。因为平均值的误差要比其他任何一个数的误差小。

评定一个测量结果及精确度，它们的末位应取得一致。如 6.24 ± 0.142 应写成 6.24 ± 0.14 。

3. 数据分析

常用以下几种数据分析表示法。

① 算术平均值与均方根偏差 算术平均值是一个量的 n 个测得值的代数和除以 n 而得的商。算术平均值 \bar{a} 可表示为：

$$\bar{a} = \sum a_i / n \quad (2)$$

或
$$\bar{a} = \frac{1}{n}(a_1 + a_2 + \dots + a_n)$$

式中， a_i ——测量列中单次测量的测得值。

\sum ——对所有 a_i ($i=1, 2, \dots, n$) 求和。

均方根偏差也称测量列中单次测量的标准偏差，是表征同一被测量值的 n 次测量所得结果的分散性的参数，并按下式计算：

$$\sigma = [(\sum d_i^2) / n]^{1/2} \quad (3)$$

式中 n ——测量次数（应充分大）；

d_i ——测得值与被测的量的真值之差；

\sum ——对所有 d_i^2 ($i=1, 2, \dots, n$) 求和。

而在有限次测量的情况下，用残余误差 V_i 代替 d_i ，残余误差 V_i 为测量列中的一个测得值 a_i 和该列的算术平均值 \bar{a} ，即 $V_i = a_i - \bar{a}$ 。可按下列公式计算标准偏差的估计值：

$$\sigma = [(\sum V_i^2) / (n-1)]^{1/2} \quad (4)$$

② 正态分布 正态分布是测量误差理论中常见的一种误差分布方式，又称高斯分布，用以描述随机误差及其概率的分布情况，其概率分布曲线用下列函数来表示：

$$f(\delta) = e^{-\delta^2 / (2\sigma^2)} / [\sigma(2\pi)^{1/2}] \quad (5)$$

式中 $f(\delta)$ ——误差为 δ 所出现的概率分布密度；

δ ——随机误差；

σ ——标准偏差；

e ——自然对数的底。

③ 实验曲线 在使用实验数据绘图时，常将数据描出的点作为节点，由节点连成线段。为使实验结果的变化趋势看起来更加细微，可对所连的实验线段进行光滑处理，以得到光滑的实验曲线（可借助 Excel、Origin 等软件绘制实验曲线）。这些曲线处理方法包括回归法、滑动平均法和拟合法等。

四、影响实验结果的因素

影响高分子材料加工实验的主要因素包括原材料、制样和测试条件等。

1. 原材料因素

高分子材料的基本性能随树脂和添加剂的品种、牌号及用量不同而异。树脂品种、牌号反映了树脂的合成工艺路线、分子量大小及分布、大分子链结构、支化度、添加剂品种和用量等信息。不同牌号的树脂，甚至不同厂家同一牌号的树脂，其性能存在较大差异。添加剂

的品级、生产工艺、包装和储存等对高分子材料的性能影响显著，故在高分子材料加工实验结果中，需注明所用原材料牌号、品级、生产厂家、组成配比等原材料信息。

2. 制样因素

试样包括粉状、粒状及板、片、膜、丝和条棒等形状。因试样的受热历史、受力历史、分散状态的差异，制备方法、条件和设备对实验试样的加工性、微观结构及宏观性能均会产生影响。故高分子材料加工实验需按测试标准所规定的方法和条件，制备标准测试试样，并注明制备试样所用的方法、条件、设备型号等。例如，在热塑性塑料混合、塑炼与模压成型中，须在实验报告中注明混合方法（高速热混合，高速热混合+低速冷混合或捏和），设备型号，混合时间和温度，包装储存时间环境；例如，可从板材、片、棒或制品上直接截取，或采用注射等成型方法得到高密度聚乙烯标准试样条，测试其拉伸强度；用前一种方法得到的试样，其测试结果不仅与成型板材、片、棒或制品的模具结构、成型机器及成型温度、成型压力、冷却速度等工艺有关，还与截取试样所用器具、截取速度，试样修整等有关；用后一种方法获取试样，影响测试结果的因素相对简单。

尺寸效应是由于试样尺寸的不同，试样内在微观缺陷和微观不同性会造成测试结果不一致。微观缺陷是指在制备或加工过程中，试样受到热、力或其他因素作用而产生的显微隙缝（试样表面最容易损伤）。微观不同性指结构上存在的缺陷或不均匀性。微观缺陷在试样受力过程中会增长、延伸，直接影响强度和塑性变形。微观不同性会导致与力学性质、取向结构、分子量不相同的微区域相关的一些材料性能测定存在差异，如热性能、电性能、光学性能、声学性能等。

从微观缺陷和微观不同性来看，主要包括以下几方面：

- ① 在同一材料的试样中，存在大量的各种形式和程度不同的致命缺陷；
- ② 最大的“致命”缺陷决定了试样的测试结果，它就是最致命缺陷的强度表征；
- ③ 试样体积愈大，或表面愈大，存在致命缺陷的概率就愈大。从理论上讲，大试样的测试结果要比小试样的结果低。故在实验报告中，需注明试样尺寸或测试标准。

即使试样没有明显的缺陷（微隙缝），当试样加载荷时，宏观上材料有均匀的应力状态（从弹性理论观点讲），但因结构上的不均匀性和不完善性，对结构微体积而言，应力状态不同，在试样局部微区域应力集中产生过应力。故强度的大小会受过应力的影响。

尺寸效应会涉及塑料导热性能问题。厚试样经过长期的动态测试（如疲劳试验），其内热比薄试样较难散发，造成试样内部温度增高，产生物理态的变化。

试样制备过程中还会产生一些内应力。为避免残余应力对测试结果的影响，在制备之前，可对试样进行退火处理。其处理条件和退火效果取决于高分子材料性质、组成、成型过程、结构及退火时间，原则上退火温度比材料的玻璃化转变温度高 $5\sim 10^{\circ}\text{C}$ ，退火过程中试样不能发生变形。

试样的大小对实际测试结果存在相互抵消的现象，如小试样比大试样的结果低。这可能是小试样具有较大的比表面，试样制备加工时造成小试样表面“损伤”的单位面积概率要比大试样大很多的缘故。

试样尺寸对力学性能测试的影响显著，应尽量保证试样形状和尺寸的一致性，以便得到可比性或重复性好的结果。

3. 测试条件

测试环境条件主要指测试环境的温度、湿度、试样的状态和变形速率及测试设备状况等。试样的测试温度、湿度等环境状态应标准化。目前,国内外各类标准对标准状态调节的条件都相同。在温度 $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$, 相对湿度 $(50 \pm 10)\%$, 气压 $86 \sim 106\text{kPa}$ 条件下, 放置 24h。

实验前需检查试样外观, 如有缺陷和不符合尺寸制备要求者, 应予以作废。

对所测材料的性能, 每组试样应不少于 5 个。

一般来说, 热塑性塑料比热固性塑料对测试条件更敏感, 耐热性低的比耐热性高的更敏感。例如聚氯乙烯在 10°C 测定的拉伸强度比在 30°C 下测定的拉伸强度高 15%。

有些比较特殊的材料, 如聚酰胺和玻纤增强的热塑性塑料的力学性能受吸湿影响, 应进行特殊状态调节。

高分子材料属黏弹性材料, 具有明显的形变滞后、应力松弛、蠕变、绝缘等现象, 试样的变形速率对测定高分子材料对外界响应性能结果有很大影响。

各类相关性能的测试必须按规定条件进行, 以保证实验结果的重复性和可比性。

五、化学药品特性和安全知识

1. 普通化学药品和危险化学品

普通化学药品无毒、无腐蚀性, 对热、光及氧稳定, 对环境污染小。本课程常见的普通化学药品有邻苯二甲酸酯系列增塑剂、聚烯烃蜡类润滑剂、氧化锌、二氧化钛、碳酸钙、部分磷酸酯等无机填料。

危险化学品, 是指具有毒害、腐蚀、爆炸、燃烧、助燃等性质, 对人体设施、环境具有危害的剧毒化学品和其他化学品。危险化学品分类可参考国家标准 GB 13690—2009《化学品分类和危险性公示 通则》。

常用危险化学品易发生下列具有基本危险特性的反应:

- (1) 与还原剂及硫、磷混合, 能形成爆炸性混合物;
- (2) 与乙炔、氢、甲烷等易燃气体混合, 能形成有爆炸性的混合物;
- (3) 与氧化剂发生反应, 遇明火、高热易引起燃烧;
- (4) 遇明火极易燃烧爆炸;
- (5) 遇明火、高热或强氧化剂易引起燃烧;
- (6) 遇高温剧烈分解, 会引起爆炸;
- (7) 受热、光照会引起燃烧爆炸;
- (8) 遇水会分解;
- (9) 遇水爆溅;
- (10) 遇酸类、碱类、胺类、二氧化硫、硫脲、金属盐类、氧化剂、氨、硫化氢、卤素、磷等燃烧物品发生剧烈反应;
- (11) 燃烧爆炸危险;
- (12) 与还原剂发生剧烈反应, 甚至引起燃烧;
- (13) 见光、受热或久储易聚合, 有燃烧爆炸危险;
- (14) 冲击、摩擦、振动有燃烧爆炸危险;

- (15) 受高热或燃烧发生分解放出有毒气体；
- (16) 受热分解放出腐蚀性气体；
- (17) 对眼黏膜或皮肤有强烈刺激性，会造成严重烧伤；
- (18) 触及皮肤易经皮肤吸收或误食、吸入蒸气、粉尘会引起中毒；
- (19) 腐蚀性、麻醉性或催泪性；
- (20) 有毒或其蒸气有毒。

含硫着色剂锌钡白遇酸液分解释放出硫化氢，长期日晒会变色；二亚硝基对苯二甲酸酰胺发泡剂为爆炸物，对冲击和摩擦敏感；胺类尤其多胺固化剂有毒性；苯、四氯化碳、乙醚、硝基苯等的蒸气会引起中毒，虽然它们都有特殊气味，但久吸后会使人嗅觉减弱；苯酚、冰醋酸等会腐蚀皮肤；玻璃纤维、石棉等增强物的粉末吸入人体肺中会导致硅沉着病，直接接触人体皮肤会引起瘙痒、红斑等症状。

在特定条件下，普通化学药品也可能发生以上基本危险特性的反应。

2. 安全知识

遇到突发的实验事故时，应即刻采取相应措施。

(1) 危险化学品伤害和玻璃划伤 当人皮肤接触剧毒、中等毒品、有害品或腐蚀品时，应立即脱去衣服，用大量水冲洗至少 15min 后，就医。

当人眼睛接触到剧毒、中等毒品、有害品或腐蚀品时，应立即提起眼睑用大量流动清水或生理盐水冲洗眼睛至少 15min，就医。

当人吸入剧毒、中等毒品、有害品或腐蚀品时，应速撤离现场到空气新鲜处，如呼吸困难，应供给输氧（如有适当的解毒剂，立即服用），必要时进行人工呼吸。

当人某部位被玻璃割伤时，若为一般轻伤，应及时挤出污血，并用消毒过的镊子取出玻璃碎片，用蒸馏水洗净伤口，贴上创可贴；若为大伤口，应立即用绷带扎紧伤口上部，使伤口停止出血，急送医疗所。

(2) 火灾及烧伤 乙醚、石油醚、乙醇、甲醇、丙酮、四氢呋喃、乙酸乙酯等有机溶剂很容易燃烧。使用这类有机溶剂时应在通风环境良好的情况下进行，室内不应有明火、电火花、静电放电等；不可存放过多、不可用敞口容器放置或加热；用后要及时回收处理，不要倒入下水道，以免积聚引起火灾。

操作和处理易爆、易燃溶剂时，应远离火源。一旦发生火灾事故，应首先切断电源，然后迅速将周围易燃品移开。

有机物着火燃烧时，应向火源撒沙子、用棉布覆盖火源以及使用灭火器，在大多数情况下，严禁用水灭火。衣服着火时，应立刻用石棉布覆盖着火处或迅速将衣服脱下；若火势较大，应在呼救的同时，立刻卧地打滚，绝不能用水浇泼。

如果人体被烧伤或烫伤，在伤处涂以苦味酸溶液、玉树油、兰油烃或硼酸油膏，如为重伤，立即送往医院。

(3) 爆炸 有机过氧化物、高氯酸盐、芳香族多硝基化合物和硝酸酯等化合物，受热或敲击均会爆炸。芳香族多硝基化合物不宜在烘箱内干燥；乙醇和浓硝酸混合在一起，会引起极强烈的爆炸；对于醚类溶剂，如果生产时间过长或久置不用，一定不要震动，同时要加入还原剂，除掉生成的过氧化合物；蒸馏乙醚和四氢呋喃时，千万不要蒸干，否则形成过氧化物，会受热爆炸。应将易燃易爆物品分隔存放在通风阴凉处。若发生爆炸，应立即切断电源，撤离现场，拨打 119 报警。