

高分子材料加工工程实验教程

吴智华 主编



化学工业出版社
教材出版中心

· 北 京 ·

(京) 新登字 039 号

图书在版编目 (CIP) 数据

高分子材料加工工程实验教程/吴智华主编. —北
京: 化学工业出版社, 2004. 7
ISBN 7-5025-5847-0

I. 高… II. 吴… III. 高分子材料-加工-教材
IV. TB324

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 077316 号

高分子材料加工工程实验教程

吴智华 主编

责任编辑: 龚浏澄

责任校对: 凌亚男

封面设计: 潘 峰

*

化学工业出版社 出版发行
教材出版中心

(北京市朝阳区惠新里 3 号 邮政编码 100029)

发行电话: (010) 64982530

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

*

新华书店北京发行所经销

北京市昌平振南印刷厂印刷

三河市宇新装订厂装订

开本 787mm×1092mm 1/16 印张 14 $\frac{1}{2}$ 字数 338 千字

2004 年 9 月第 1 版 2004 年 9 月北京第 1 次印刷

ISBN 7-5025-5847-0/TQ·2034

定 价: 25.00 元

版权所有 违者必究

该书如有缺页、倒页、脱页者, 本社发行部负责退换

前 言

《高分子材料加工工程实验教程》是根据教育部高分子材料加工工程本科专业实验教学大纲,在本校原塑料工程实验讲义基础上进行修改和编写。本教程共分6章:第1章介绍高分子材料加工工程专业实验基础知识,第2章介绍高分子材料成型工艺性能(水分、密度、塑化性能、热塑性塑料熔体流动性能、热固性塑料流动性能)测定8个实验,第3章介绍高分子材料和制品性能(力学性能、热性能、电性能、燃烧性能、光学性能、渗透性能)测定23个实验,第4章介绍高分子材料成型加工(模压成型、挤出成型、注射成型、中空吹塑成型、泡沫塑料成型、热成型、塑性溶胶制备及搪塑成型、中空纤维成型)16个实验,第5章介绍注塑机和挤出机特性分析9个实验,第6章介绍塑料注射模具组装实验,共计57个实验。本教程实验涉及高分子材料加工工程中原材料、成型加工、成型制品、成型设备及模具诸方面,包括性能检测、规范操作、设备控制和工艺技术等实际操作能力的综合训练内容,性能测试条件、操作方法和数据处理均参照执行相应的国家标准,加工实验实施性强、操作规范,除了用作高等学校高分子材料加工工程专业、高分子材料与工程专业实验教材外,还可供从事高分子材料和高分子材料制品生产、应用、研究开发的工程技术人员参考。

本教程1、4(除4.2.2、4.5.1和4.8实验外)由四川大学吴智华编写,2、3.3由四川大学阮文红编写,3.1的1~4实验部分和3.4由四川大学陈军编写,3.1的5~8实验部分由四川大学张卫勤编写,3.2、3.5、3.6由四川大学杨其编写,4.2的第2个实验、4.5的第1个实验和4.8由四川大学何成生编写,5和6由四川大学严正编写。本教程由吴智华主编、主审。

本教程在编写过程中得到了四川大学黄锐教授、万昌秀教授以及学院领导的关心和支持,谨此致谢。

因水平有限,教程内容中有不妥或错漏之处,敬请批评指正。

编者

2004年2月

目 录

1	高分子材料加工工程专业实验基础知识	1
1.1	原材料特性	1
1.1.1	塑料特性	1
1.1.2	化学药品特性	3
1.2	试样制备	5
1.2.1	直接从塑料制品上截取试样	5
1.2.2	直接从树脂取样	5
1.2.3	直接注射成型标准试样	7
1.2.4	间接从压制板材上切取试样	8
1.3	数据处理	10
1.3.1	测量误差	11
1.3.2	近似数	11
1.3.3	数据分析	12
1.4	影响实验结果的因素	13
1.4.1	原材料因素	13
1.4.2	制样因素	13
1.4.3	测试条件	14
1.5	安全知识	15
1.5.1	现场人员意外受到危险化学品伤害和玻璃划伤	15
1.5.2	火灾及火伤	15
1.5.3	爆炸	15
2	高分子材料成型工艺性能测试	16
2.1	水分	16
2.1.1	实验目的与原理	16
2.1.2	实验原料与设备	16
2.2	密度	19
2.2.1	材料密度	19
2.2.2	堆砌密度	22
2.3	塑化性能（转矩流变仪）	24
2.3.1	实验目的与原理	24
2.3.2	原材料试样	24
2.3.3	实验设备及实验条件	24
2.3.4	实验步骤	25
2.3.5	实验结果与报告	26

2.4	热塑性塑料熔体流动性	26
2.4.1	熔体流变曲线	27
2.4.2	熔体流动速率	31
2.5	热固性塑料流动性	34
2.5.1	实验目的与原理	34
2.5.2	原材料、实验设备与方法	34
2.5.3	实验结果与报告	35
3	高分子材料性能测试	37
3.1	力学性能	37
3.1.1	拉伸实验	37
3.1.2	压缩实验	43
3.1.3	弯曲实验	45
3.1.4	冲击实验	49
3.1.5	硬度实验	59
3.1.6	剪切强度实验	64
3.1.7	直角撕裂强度实验	66
3.1.8	拉伸蠕变实验	67
3.2	热性能	71
3.2.1	热导率测定	71
3.2.2	线膨胀系数测定	74
3.2.3	维卡软化点测定	76
3.2.4	热变形温度测定	78
3.3	电性能	81
3.3.1	介电强度和耐电压实验	81
3.3.2	介电系数和介电损耗角正切测定	85
3.3.3	体积电阻率和表面电阻率测定	88
3.4	燃烧性能	93
3.4.1	氧指数测定	93
3.4.2	水平燃烧和垂直燃烧实验	98
3.4.3	烟密度测定	106
3.5	光学性能	109
3.5.1	热台偏光显微镜观察聚合物结晶形态	109
3.5.2	透光率和雾度测定	112
3.5.3	色泽测定	115
3.6	渗透性能	118
3.6.1	透气性测定	118
3.6.2	水蒸气渗透率测定（杯式法）	121
4	高分子材料成型加工实验	124
4.1	模压成型实验	124

4.1.1	热塑性塑料模压成型	124
4.1.2	热固性塑料模压成型	128
4.2	挤出成型实验	132
4.2.1	普通聚乙烯管材	132
4.2.2	医用高分子导管的成型及性能测试	135
4.2.3	异型材	139
4.2.4	单丝	143
4.3	注射成型实验	144
4.3.1	注塑机操作技能实验	145
4.3.2	标准测试试样	150
4.3.3	精密制品	154
4.4	中空吹塑成型实验	157
4.4.1	中空容器	157
4.4.2	吹塑薄膜	160
4.5	泡沫塑料成型实验	164
4.5.1	医用聚氨酯泡沫	164
4.5.2	聚乙烯泡沫	170
4.6	热成型实验	175
4.6.1	实验目的与原理	175
4.6.2	原材料与仪器设备	176
4.6.3	实验步骤	176
4.6.4	实验结果报告与思考题	177
4.7	塑性溶胶制备及搪塑成型实验	178
4.7.1	实验目的与原理	178
4.7.2	原材料与仪器设备	180
4.7.3	实验步骤	180
4.7.4	实验结果、报告与思考题	182
4.8	聚醚砜中空纤维的制备及性能测试	183
4.8.1	实验目的与原理	183
4.8.2	实验原料与仪器设备	184
4.8.3	实验步骤及操作方法	184
4.8.4	实验结果表述	185
4.8.5	实验报告与思考题	186
5	高分子材料成型加工设备剖析实验	188
5.1	注塑机	188
5.1.1	注射充模流动模型实验	188
5.1.2	注塑机注射特性参数测定	190
5.1.3	注塑机塑化特性参数测定	193
5.1.4	注塑机锁模力测定	195
5.1.5	注塑模具型腔压力测定	203

5.1.6	注塑模具温度分布测定	206
5.2	挤出机	208
5.2.1	挤出机转速-产量-功率测定	208
5.2.2	挤出机口模特性曲线测定	210
5.2.3	挤出机螺杆特性曲线测定	212
6	高分子材料成型模具组装实验	214
6.1	实验目的、实验设备与工具	214
6.1.1	实验目的	214
6.1.2	实验设备及工具	214
6.2	实验步骤、实验报告与思考题	214
6.2.1	实验步骤	214
6.2.2	实验报告	216
6.2.3	思考题	216
附表 1		217
附表 2		218
附表 3		219

1 高分子材料加工工程专业实验基础知识

1.1 原材料特性

高分子材料加工工程专业实验所涉及的主要原材料为塑料及一些化学药品。化学药品包括塑料添加剂，胶黏剂，有机、无机溶剂和化学反应试剂。在进行实验之前，应了解所用的原材料特性，以正确拟定实验条件，避免操作错误，保证实验顺利、安全地进行完成。

1.1.1 塑料特性

塑料属有机高分子材料。塑料特性是塑料微观结构的反映，由于塑料结构随合成方法、合成工艺以及塑料添加剂品种和用量变化，故塑料特性因塑料品种、牌号而异。一般而言，与金属和无机材料相比，塑料具有易燃、绝热、无毒、耐腐蚀、耐溶剂、延展性和加工性好等特点。表 1-1 至表 1-6 分别列出了部分塑料的化学键和离解能、热性能、电性能、燃烧性、耐溶剂性能和吸水率指标。

表 1-1 塑料中一些主键的键长和离解能

化学键	键长/R	离解能/kJ·mol ⁻¹	化学键	键长/R	离解能/kJ·mol ⁻¹
O—O	1.32	146.7	N—H	1.01	389.7
Si—Si	2.35	178.5	C—H	1.10	414.8
S—S	1.9~2.1	268.2	C—F	1.32~1.39	431.6~515.4
C—N	1.47	305.9	O—H	0.96	465.1
C—Cl	1.77	339.4	C=C	1.34	611.7
C—C	1.54	347.8	C=O	1.21	750.0
C—O	1.46	360.3	C≡C	1.15	892.5

表 1-2 部分塑料的热性能

塑 料 品 种	线膨胀系数 /10 ⁻⁵ K ⁻¹	热比容 /kJ·(kg·K) ⁻¹	热导率 /W·(mK) ⁻¹	90 天以上的使用温度 /℃
聚甲基丙烯酸甲酯	4.5	1.39	0.19	120~130
聚苯乙烯	6~8	1.20	0.16	<80
聚氨基甲酸酯	10~20	1.76	0.31	
聚氯乙烯(未增塑)	5~18.5	1.05	0.16	89~90
聚氯乙烯(含增塑剂 35%)	7~25	—	0.15	60~70
低密度聚乙烯	13~20	1.90	0.35	70
高密度聚乙烯	11~13	2.31	0.44	80
聚丙烯	6~10	1.93	0.24	100~120
共聚甲醛	10	1.47	0.23	100
聚酰胺 6	6	1.60	0.31	>150
聚酰胺 66	9	1.70	0.25	>160

续表				
塑 料 品 种	线膨胀系数 / 10^{-5} K^{-1}	热比容 / $\text{kJ} \cdot (\text{kg} \cdot \text{K})^{-1}$	热导率 / $\text{W} \cdot (\text{mK})^{-1}$	90 天以上的使用温度 / $^{\circ}\text{C}$
聚对苯二甲酸乙二醇酯	—	1.01	0.14	120
聚四氟乙烯	10	1.05	0.27	>250
聚三氟氯乙烯	5	0.92	0.14	>200
环氧树脂	6	1.05	0.17	95~100
氯丁橡胶	24	1.70	0.21	—
天然橡胶	—	1.92	0.18	—
氟碳弹性体	16	1.66	0.23	—
聚酯弹性体	17~21	—	—	—
聚异丁烯	—	1.95	—	88
聚醚砜	5.5	1.12	0.18	—
聚碳酸酯				120
ABS				90
酚醛				200
聚酰亚胺				320~370
聚苯醚				190
聚硅烷				320

表 1-3 部分塑料的电性能

塑 料 品 种	体积电阻率 / $(\Omega \cdot \text{m})$	介电强度 (3.2mm 样品) / $(\text{kV} \cdot \text{cm}^{-1})$	介电常数		功率因素	
			60 Hz	10^6 Hz	60 Hz	10^6 Hz
聚四氟乙烯	$>10^{20}$	180	2.1	2.1	<0.0003	<0.0003
低密度聚乙烯	10^{20}	180	2.3	2.3	<0.0003	<0.0003
聚苯乙烯	10^{20}	240	2.55	2.55	<0.0003	<0.0003
聚丙烯	$>10^{19}$	320	2.15	2.15	0.0008	0.0004
聚甲基丙烯酸甲酯	10^{16}	140	3.7	3.0	0.06	0.02
硬聚氯乙烯	10^{17}	240	3.2	2.9	0.013	0.016
软聚氯乙烯 ^①	10^{15}	280	6.9	3.6	0.082	0.089
聚酰胺 66 ^②	10^{15}	145	4.0	3.4	0.014	0.04
聚碳酸酯	10^{18}	160	3.17	2.96	0.0009	0.01
酚醛 ^③	10^{13}	100	5.0~9.0	5.0	0.08	0.04
脲醛 ^③	10^{14}	120	4.0	4.5	0.04	0.3
聚醚醚酮	$>10^{15}$	513	2.18	—	—	0.017

① 59%聚氯乙烯树脂，30%邻苯二甲酸二（2-乙基己）酯，5%填料，6%稳定剂；

② 含水 0.2%；

③ 普遍用于压塑模塑。

表 1-4 部分塑料的极限氧指数

聚甲醛	0.16	聚碳酸酯	0.27
聚甲基丙烯酸甲酯	0.17	聚氯乙烯	0.47
聚丙烯	0.17	聚砜	0.24~0.53
聚乙烯	0.17	聚偏二氯乙烯	0.60
聚苯乙烯	0.18	聚四氟乙烯	0.95
环氧树脂	0.20		

表 1-5 室温下部分塑料耐溶剂的性能

溶剂	低密度 聚乙烯	聚丙烯	高密度 聚乙烯	硬质聚 氯乙烯	聚甲基丙 烯酸甲酯	尼龙	聚碳酸酯	聚酯	聚苯乙烯
浓盐酸	差	差	差	差	差	差	差	差	一般
浓硝酸	差	差	差	差	差	差	差	差	差
浓过氯酸	差	差	差	差	差	差	差	差	差
浓硫酸	差	差	差	差	差	差	差	差	良
氢氟酸	一般	良	良	差	一般	差	差	差	良
常用的碱	优良	优良	优良	优良	优良	差	差	一般	优良
常用的盐	优良	优良	优良	优良	优良	一般	优良	一般	优良
烷烃	溶胀	溶胀	溶胀	溶胀	优良	优良	优良	一般	一般
芳烃	溶胀	溶胀	溶胀	溶胀	溶胀	优良	溶胀	一般	溶胀
醇类	优良	优良	优良	优良	少量溶解	一般	良	一般	良
醛类	一般	良	良	良		良	良	良	良
酮类	优良	优良	优良	溶胀		良	溶胀	一般	良
醚类	优良	优良	优良	溶胀	溶胀	良	溶胀	良	良
有机酸	优良	优良	优良	优良	优良	良	优良	优良	优良
四氢味喃	一般	良	良	良	溶胀	溶解	溶胀	溶胀	一般
酯类	少量溶解	优良	优良	少量溶解	溶解	良	溶解	溶解	少量溶解
苯酚	一般	良	良	一般	溶解	溶解	溶解	溶胀	一般
卤化烷烃	溶胀	溶胀	溶胀	优良	溶解	良	溶解	溶胀	少量溶解
硝基苯	良	良	良	良	溶胀	溶胀	溶胀	溶胀	一般
硅油	溶胀	一般	一般	一般	溶胀	优良	良	良	一般
机油	溶胀	一般	优良	优良	优良	优良	优良	优良	一般
二硫化碳	少量溶解	一般	一般	一般	溶胀	溶胀	溶胀	溶胀	一般
汽油	溶胀	溶胀	溶胀	优良	优良	优良	优良	优良	溶胀
植物油	优良	优良	优良	优良	溶胀	优良	优良	优良	优良

表 1-6 部分塑料的吸水率

塑 料	吸水率/%	塑 料	吸水率/%	塑 料	吸水率/%
氟塑料	0.00	聚苯乙烯	0.03	聚甲醛	0.21
高密度聚乙烯	0.01	聚苯醚	0.05	丙烯酸系树脂	0.28
乙丙嵌段共聚物	0.01	环氧树脂	0.10	ABS	0.34
聚丙烯	0.01	聚硅烷	0.11	聚酯	0.50
聚苯氧	0.13	酚醛	0.60	醋酸纤维素	3.85
聚碳酸酯	0.14	聚氨酯	0.75	离子型聚合物	0.30
聚砷	0.21	聚酰胺	1.45	聚氯乙烯	0.40

1.1.2 化学药品特性

化学药品可分为普通化学药品和危险化学药品。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。常见的普通化学药品有邻苯二甲酸酯系列增塑剂，部分磷酸酯，聚烯烃蜡类润滑剂，氧化锌、二氧化钛、碳酸钙等无机填料。危险化学品根据国家标准 GB 13690—92，按其主要危险特性分类，常用危险化学品分为下列 8 类。

(1) 爆炸品 系指在外界作用下（如受热、受压、撞击等），能发生剧烈的化学反应，瞬时产生大量的气体和热量，使周围压力急剧上升，发生爆炸，对周围环境造成破坏的物品，也包括无整体爆炸危险，但具有燃烧、抛射及较小爆炸危险的物品。

(2) 压缩气体和液化气体

(3) 易燃液体 系指易燃的液体、液体混合物或含有固体物质的液体，但不包括由于

其危险特性已列入其他类别的液体。其闭杯实验闪点等于或低于 61℃。

(4) 易燃固体、自燃物品和遇湿易燃物品 易燃固体系指燃点低，对热、撞击、摩擦敏感，易被外部火源点燃，燃烧迅速，并可能散发出有毒烟雾或有毒气体的固体，但不包括已列入爆炸品的物品。

自燃物品系指自燃点低，在空气中易发生氧化反应，放出热量，而自行燃烧的物品。

遇湿易燃物品系指遇水或受潮时，发生剧烈化学反应，放出大量的易燃气体和热量的物品。有的不需明火，即能燃烧或爆炸。

(5) 氧化剂和有机过氧化物 氧化剂系指处于高氧化态，具有强氧化性，易分解并放出氧和热量的物质。包括含有过氧基的无机物，其本身不一定燃烧，但能导致可燃物的燃烧，与松软的粉末状可燃物能组成爆炸性混合物，对热震动或摩擦较敏感。

有机过氧化物系指分子组成中含有过氧基的有机物，其本身易燃易爆，极易分解，对热、震动或摩擦极为敏感。

(6) 有毒品 系指进入肌体后，累积达一定的量，能与体液和器官组织发生生物化学作用或生物物理学作用，扰乱或破坏肌体的正常生理功能，引起某些器官和系统暂时性或持久性的病理改变，甚至危及生命的物品。经口摄取半数致死量： $LD_{50} \leq 500\text{mg/g}$ ，液体 $LD_{50} \leq 2000\text{mg/kg}$ ；经皮肤接触 24h，半数致死量 $LD_{50} \leq 1000\text{mg/kg}$ ；粉尘飞烟雾及蒸气吸入半数致死量 $LD_{50} \leq 10\text{mg/L}$ 的固体或液体。

(7) 放射性物品 系指放射性比活度大于 $7.4 \times 10^4 \text{Bq/kg}$ 的物品。

(8) 腐蚀品 系指能灼伤人体组织并对金属等物品造成损坏的固体或液体《与皮肤接触在 4h 内出现可见坏死现象，或温度在 55℃ 时，对 20 号钢的表面均匀年腐蚀率超过 6.25mm/L 的固体或液体。

每种常用危险化学品都易发生某些具有基本危险特性的反应。例如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；玻璃纤维、石棉等增强物的粉末吸入人体肺中会导致矽肺病，直接接触人体皮肤会引起瘙痒、红斑等症状。常用危险化学品的基本危险特性如下：

- ① 与还原剂及硫、磷混合能形成爆炸性混合物；
- ② 与乙炔、氢、甲烷等易燃气体能形成有爆炸性的混合物；
- ③ 与氧化剂会发生反应，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、强碱等燃烧物品发生剧烈反应；
- ⑪ 有燃烧爆炸危险；
- ⑫ 与还原剂发生剧烈反应，甚至引起燃烧；
- ⑬ 见光、受热或久贮易聚合，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 有腐蚀性、麻醉性或催泪性；
- ⑳ 有毒或其蒸气有毒。

普通化学药品在特定条件下也可能发生上列基本危险特性的反应。

1.2 试样制备

高分子材料加工工程实验试样获取途径有四个：直接从塑料制品上截取试样、直接从树脂取样、直接注塑成型标准试样、间接从压制板材上切取试样。

1.2.1 直接从塑料制品上截取试样

直接从塑料制品上截取试样应根据制品相应的标准规定或按制品提供者的要求进行，略。

1.2.2 直接从树脂取样

从树脂直接取样的方法应按国家标准 GB 2547—81 规定进行。首先应确定样本大小，然后选定抽样单位，最后进行取样。

1.2.2.1 样本大小确定

为了使样本能满意地反映总体的真实情况，必须从总体中求取适量的抽样单位（即最小包装件）。样本大小可由下式求得：

$$n = (A\sigma_0/E)^2 \tag{1-1}$$

式中 n ——样本大小，即抽样单位数；
 σ_0 ——产品总体质量的标准差估计值；
 E ——由样本得到的产品总体质量平均值的估计值与用相同方法对每个抽样单位测量得到的产品总体质量平均值之间存在的最大允许误差；
 A ——概率系数，它表示从样本得到的产品总体质量平均值的估计值与对每个抽样单位测量得到的产品总体质量平均值之间存在的误差超过最大允许误差 E 的相应的概率。

由（1-1）式可变换为式（1-2），有时使用起来更为方便：

$$n = (AV_0/e)^2 \tag{1-2}$$

式中 $V_0 = \sigma_0/\bar{x}$ ——产品总体质量的变差系数估计值；
 $e = E/\bar{x}$ ——用 $\bar{x}$ 的百分数表示的最大允许误差；
 $\bar{x}$ ——产品总体质量平均值。

(1) σ_0 或 V_0 的求取

① 根据同种产品的历史数据，分别用下式算出样本大小相等或相近的几批产品的样本的标准差或变差系数。

$$S = \sqrt{\frac{\sum (X_i - \bar{X})^2}{n-1}} \quad (1-3)$$

$$V' = S/\bar{X} \quad (1-4)$$

式中 S ——标准偏差值；
 X_i ——单个测定值；
 $\bar{X}$ ——一组测定值的算数平均值；
 n ——测定个数；
 V' ——批的变差系数。

然后，再算出它们的平均值。 $\bar{S} = (\sum S_i^2/L)^{1/2}$ 或 $\bar{V} = (\sum V_i'^2/L)^{1/2}$ 分别作为 σ_0 或 V_0 的估计值。式中 L 为批数。

注：在按①求取 σ_0 或 V_0 时，一般地讲，样本大小 n' 越大，批数 L 越大，则所得结果越准确。但在实际应用时，若数 n' 越大，则批数 L 可小些，若数 n' 越小，则批数 L 要大些。如 n' 大于 20 时， L 取 4~5 即可。 n' 为 10 左右时，则 L 最好大于 10。

② 若没有这样的历史数据可用时，则可按①中“注”的原则，着手资料的积累工作，以便估计出符合要求的 σ_0 或 V_0 。

必须定期地抽取足够的样本进行分别检验，以便不断地修正 σ_0 或 V_0 。

(2) 最大允许误差 E 或 e 的确定 最大允许误差 E 或 e 可根据需要和可能进行规定。

所谓“需要”是指对某项质量特性估计值所要求的准确度，这要根据该项质量特性对产品的应用所产生的影响大小来考虑。如某项质量特性的一点变化就会使产品转型，或对成型加工、制品应用产生很大影响，则从样本得到的特性估计值的准确度就该高些，即 E 或 e 要规定得小些，反之 E 或 e 可规定得大些。

所谓“可能”是指对样本大小 n 进行测试所需要花费的人力物力是否合适而言。样本大小 n 与最大允许误差 E 或 e 的平方成反比，若不必要地把 E 或 e 规定得太小，则 n 将会变得过大，花费的检验费用就很大，这往往是不经济的，所以如果对某一规定的 E 或 e 求出的 n 太大，则可调整 E 或 e （将 E 或 e 增大，也即降低估计值的准确度）以求出较小的 n 。

总之，确定最大允许误差 E 或 e 时，所考虑的问题是在所要求的估计值准确度和要得到这样准确度的估计值所花的费用大小之间取得适当的平衡。

(3) 概率系数 A 的确定 概率系数可根据对结果所要求的可信区间来定。在工业生产上一般定为 1.96 就够了，这时从样本得到的产品总体质量平均值的估计值与对每个抽样单位测量得到的产品总体质量平均值之间、存在的误差超过最大允许误差 E 或 e 的概率为 5%。相应于其他概率的 A 值。可根据需要，从正态分布表得到，例如：

系数	3	2.58	2	3.64
概率	3%	1%	4.5%	10%

(4) 对于塑料树脂产品来说，通常有几项质量特性，则可分别算出各项质量特性所需要的 n 数，然后取其中最大的一个作为检验批的样本大小。也可用与产品主要用途有关的关键性质量中变差系数最大一个来计算 n 数。

1. 2. 2. 2 抽样单位选定

根据 n 式计算得到的样本大小，要随机地从产品总体中选出，具体步骤可按下述两种方法之一进行。

(1) 随机抽样法

① 将产品的抽样单位总数 N ，按一定（或生产）顺序连续编号，从 1 编到 N 。

② 利用随机数表，确定被抽取的抽样单位的号数（随机数表及其使用法参见 GB 2547—81 标准）。

(2) 系统抽样法

① 把产品的抽样单位总数 N 用样本大小 n 除，取其商值的整数部分 h 为取样间隔。

② 在第 1 至第 h 个抽样单位中，随机地确定一个抽样单位，然后每隔 h 个抽样单位取一个样。

如果放料口取样是方便的或产品处在移动过程中，则可采用系统抽样法。

1. 2. 2. 3 取样

取样时，取样工具、取样方式应保证能取出该抽样单位中有代表性的样品，特别对那些在包装中或运输中会造成不均匀性的产品更要注意这一点。这时用大小合适的扦筒从不同部位取样是适宜的。对于包装件中均匀的产品，勺状取样器是合适的。

若取样目的只是要求得到产品总体质量平均值，则由各包装件中取出的样品可以混合实验。取出的样品总量至少应为做实验的需要用量的二倍。在每个选中的抽样单位中取出大体等量的样品混合均匀后，一分为二，一份送交实验，一份放在密封、不污染产品的容器中保存。每份都得注明产品名称、销售批号、生产日期、取样日期等。

若取样目的是要求得到整批产品内各抽样单位间质量分散性情况，则取出的样品决不可混合，要分开单独实验，这时从每个抽样单位中取出的样品量应为做实验必须用量的两倍，分别混合均匀后，一分为二，一份送交实验，一份放在密封且不污染产品的容器中保存。每份都得注明产品名称、批号、生产日期、取样日期等。

对用样量极少的实验，应从确定的抽样单位中取出几倍、几十倍于实验用量的样品。取出后，用锥形四分法均匀缩样，直至取得合适的用量。有些颗粒料粒子较大，可在缩至一定程度后，用机械粉碎的方法，粉碎成小颗粒后，再行缩样，直至取得合适的用量为止。机械粉碎时，注意不要使样品过热，以防降解。

对塑料树脂而言，求取质量平均值的情况较多，故在日常检验中，可进行混合实验。这时在产品传送过程中，或在产品包装过程中，用自动连续取样器进行连续取样也是合理的取样方法。但是为了了解和掌握批内质量分散性的资料，则必须定期地抽取适当大小的样本进行分别实验。由此积累的分散性资料，可用于 σ_0 或 V_0 的求取及控制改进生产工艺。

1. 2. 3 直接注射成型标准试样

直接注射成型标准试样主要是用于热塑性塑料和热塑性聚合物基复合材料测试试样成型。由于注射成型工艺条件、模具结构、注塑机控制精确度都影响熔体流动，从而对试样微观结构形态有重要影响，尤其是成型工艺条件和模具结构，因此必须使用统一规定的模具结构，并在实验报告中标明材料注射成型工艺条件，保证

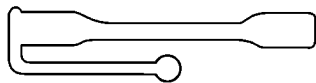


图 1-1 单型腔模具示意图

试样的微观结构和性能基本一致。

目前，注射成型标准测试试样的模具一般可分为两大类：单型腔模具和多型腔模具，如图 1-1 和图 1-2 所示。单型腔模具一般使用较少，多型腔模具（a）、（c）、（d）因一次成型的几个试样之间差异很小，性能一致，较为常用。

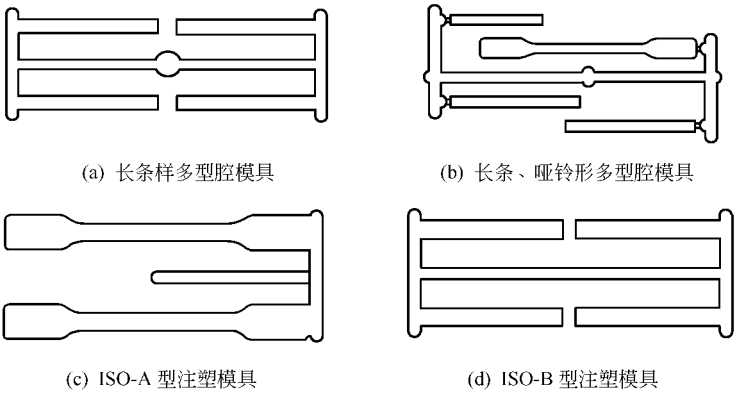


图 1-2 多型腔模具示意图

注塑试样一般采用往复式螺杆注射机。注塑机的控制系统应满足一定的精度要求，如：注射压力 $\pm 3\%$ ，熔体温度 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ ，注射时间 $\pm 0.1\text{s}$ ，注保压力 $\pm 5\%$ ，模具温度 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ ($\leq 80^{\circ}\text{C}$) 或 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ ($> 80^{\circ}\text{C}$)，注射量 $\pm 1\%$ 。

注塑条件参照材料的相关标准或与提供材料者协商确定。具体的操作方法和步骤见第 4.3.1 节。

1.2.4 间接从压制板材上切取试样

1.2.4.1 热塑性塑料压缩模塑试样制备

热塑性塑料压缩模塑试样制备参照国家标准 GB 9352—88 规定进行。压塑试样制备在模压机上进行，要求模压机加热时模温温差 $\leq \pm 2^{\circ}\text{C}$ ，冷却时模温温差 $\leq \pm 4^{\circ}\text{C}$ ，模压机合模力 $\geq 10\text{MPa}$ 。

模具结构形式有两种：溢料式和不溢料式模具两种，如图 1-3 和图 1-4 所示。溢料式模具适用于制备试样与片料厚度相似或具有可比性的低内应力的试样。不溢料式模具适用于制备表面坚固平整、内部没有空隙的试样。

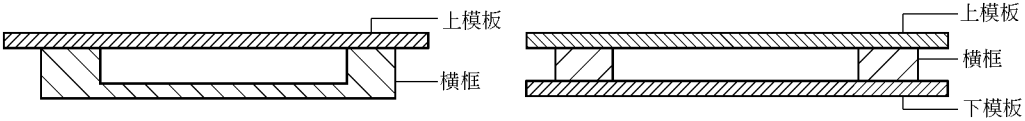


图 1-3 溢料式模具结构示意图

具体操作步骤如下。

(1) 原料 可用粒料或片状料。根据原料有关标准或材料提供者说明选择是否干燥以及干燥条件。

(2) 预成型 通常，用物料直接模塑能得

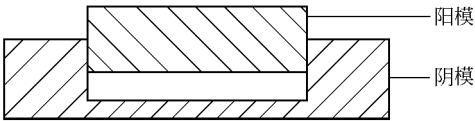


图 1-4 不溢料式模具结构示意图

到平整均匀的片料。但是，如果物料需要均化时，可用双辊塑炼均化原料。为了不使聚合物降解，塑炼时物料在熔融状态停留的时间不要超过 5min。预成型片需在干燥密封的容器内贮存。

(3) 模塑 将压板或模具的温度调节到有关标准规定的模塑温度。当温度恒定后，将称量过的材料（粒料或预成型片）放入模具中。使用粒料时，应将粒料铺平在模具型腔里面，材料的量要足以熔融充满模腔。对溢料式模具允许有约 10% 的损失；对不溢式模具允许有约 3% 的损失。然后将模具置于模压机的下压板上，闭合压板，在接触压力（压机刚好闭合时不致使材料流动的最高压力）下对材料预热 5min，然后施加全压（足够使材料成型并把多余的材料挤出的压力）2min，随即冷却。在预热和热压期间，温度波动允许在 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 之内。

对于厚度为 2mm 的试片，标准的预热时间是 5min。对较厚的模塑件预热时间应相应调整。

(4) 冷却 对于某些热塑性塑料冷却速率影响其最终性能，本标准中规定了四种冷却方法（见表 1-7）。冷却方法应根据材料的有关标准来选取，若无标准或约定，可使用方法 B。

表 1-7 冷却方法

冷却方法	平均冷却速率 /($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)	冷却速率 /($^{\circ}\text{C}/\text{h}$)	备 注
A	10 ± 5	—	—
B	15 ± 5	—	—
C	60 ± 30	—	急冷
D	—	5 ± 0.5	缓冷

(5) 从压塑片材上截取试样 当塑性塑料压塑片材成型冷却后，选取表面无缺陷的片材，应用专门的制样机械或冲压加工，从片材中心部分（离模片周边宽 20mm 的区域）制取试样。试样几何形状按照测试的相应标准规定选取。试样的机械加工参照 ISO 2818—1980 标准进行。

1.2.4.2 热固性模塑料压塑试样制备

热固性模塑料压塑试样制备参照国家标准 GB 5471—85 规定进行。

(1) 原料 酚醛、氨基热固性模塑料的粉、粒料或预锭件。

(2) 设备 最好选用有两种闭模速度的压机，快速闭模（如 $150\sim 300\text{mm/s}$ ），避免模塑料在闭模前开始固化。慢速闭模（如 5mm/s ），防止空气或气体包入材料中。

钢制模具，可以是单模腔或多模腔，全压式或半全压式结构。图 1-5 为全压式单模腔模具结构示意图。模具应设有顶出销或活动底模，便于脱模。模具工作表面应具有 $\sqrt{3.2}/\sim \sqrt{1.9}$ 的粗糙度（ $\nabla 8\sim \nabla 9$ 的光洁度），并镀铬。

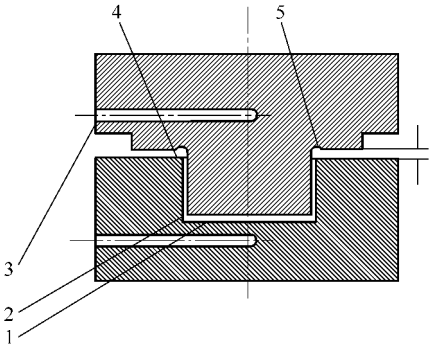


图 1-5 全压式单模腔模具结构

1—模腔；2—边缘斜度小于 3° ；3—测温孔；
4—间隙不大于 0.1mm；5—空腔

两块试样定型板，由金属板制成，其面积与试样相同，用于试样脱模后的冷却定型。

(3) 操作步骤

① 按表 1-7、表 1-8 和材料相关标准，确定模塑温度、预热和压制时间、冷却方式。
模塑压力（表压） p_0 与模塑料承受压力 P 关系如下：

$$P=F\times 10^{-6}/S \tag{1-5}$$

$$F=p_0\times S_p\times 10^4 \tag{1-6}$$

式中 P ——模塑料承受压力，MPa，由材料性质决定，可从塑料手册中查得；
 F ——压机施加压力，N；
 S ——模腔投影总面积， cm^2 ；
 p_0 ——油压，MPa；
 S_p ——活塞头面积， cm^2 。

由 P 关系式可求出模塑压力（表压） p_0 。

- ② 调节模塑温度，恒定温度，温差不超过 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。
- ③ 用点温计测量模腔温度。
- ④ 按试样体积称取所需的模塑料量。

模塑料量＝试样体积×模制件密度(由生产者提供)＋损耗(损耗由以前的实验确定)。

- ⑤ 模塑料需预热，按要求进行预热。
- ⑥ 装料。例如粉、粒料或预锭件加入模腔，合模，必要时排气。
- ⑦ 加压。当压力达到规定值时，开动计时装置。
- ⑧ 固化结束，卸压，脱模，立即取出试样并置于试样定形板上冷却。
- ⑨ 检查模制件是否符合要求（充模情况、外观等）。

未经预热的材料，允许开模排气，对程序控制压机，排气操作自动进行。经过预热的材料一般不需排气，除非产品标准中有规定，但必须在实验报告中说明。

(4) 从压塑片材上截取试样 从压塑片材上截取试样参照 ISO 2818—1980 标准进行。

表 1-8 模塑条件

模塑料种类 项目和条件		酚醛模塑料		氨基模塑料		
		细粒	粗粒	脲醛	三聚氰胺-甲醛	
					通用	食用
预处理	如试样进行电性能测试					
干燥						
预压锭	允许		允许	允许	允许	
高频预热	可以,并能改进性能,缩短固化时间					
排气	允许		允许	允许	允许	
模塑	160±2					
温度/℃						
压力/MPa	25~40	40~60	20~40	20~40	20~40	
固化时间/(min/mm)	1		0.5~1.0			

1.3 数据处理

高分子材料加工工程实验总离不开利用量具或仪器对试样进行测量，并对测得值进行