

高分子物理实验

王立岩 陈延明 李学锋 主编

沈阳工业大学

二〇〇八年九月

目 录

T实验 1	粘度法测定聚合物分子量.....	1
实验 2	聚合物拉伸强度及断裂伸长率的测定.....	5
实验 3	毛细管流变仪测定聚合物熔体流变性.....	7
实验 4	聚合物熔点的测定.....	11
实验 5	聚合物熔融指数的测定.....	13
实验 6	膨胀计法测聚合物的玻璃化转变温度.....	17
实验 7	聚合物聚集态结构的研究—光学显微镜法.....	20
实验 8	纤维应力-应变曲线测定.....	23
实验 9	密度法测定聚合物结晶度.....	26
实验 11	聚合物的热分析——差示扫描量热法 (DSC).....	31
实验 12	聚合物紫外-可见吸收光谱分析.....	36
实验 13	红外光谱法鉴定聚合物的结构特征.....	38
实验 14	气相色谱定性方法.....	43
实验 15	聚合物冲击实验.....	45
实验 16	聚合物材料弯曲强度的测定.....	47
实验 17	塑料硬度的测定.....	51
实验 18	聚合物维卡软化点温度的测定.....	54

实验 1 粘度法测定聚合物分子量

粘度法是测定聚合物分子量的相对方法，此法设备简单，操作方便，且具有较好的精确度，因而在聚合物的生产和研究中得到十分广泛的应用。本实验是采用乌氏粘度计，用一点法测定苯酚—四氯乙烷溶液中聚酯树脂的分子量。

一、目的要求

通过本实验要求掌握粘度法测定聚合物分子量的基本原理、操作技术和数据处理方法。

二、基本原理

特性粘度和粘均分子量之间的关系符合马克—哈温克经验公式，如（1-1）：

$$[\eta] = K \bar{M}_v^\alpha \quad (1-1)$$

若特性粘度 $[\eta]$ ，常数 K 及 α 值已知，便可利用上式求出聚合物粘均分子量 \bar{M}_v 。 K 、 α 是与聚合物、溶剂及溶液温度等有关的常数，它们可以从手册中查到。 $[\eta]$ 值即用本实验方法求得。

实验表明，在稀溶液范围内，溶液的比浓粘度 η_{sp}/C 或与溶液的比浓对数粘度 $\ln \eta_r/C$ 与溶液的浓度 C 的关系可以用两个近似的经验方程（1-2）和（1-3）来表示：

$$\eta_{sp}/C = [\eta] + K' [\eta]^2 C \quad (1-2)$$

$$\ln \eta_r / C = [\eta] - \beta [\eta]^2 C \quad (1-3)$$

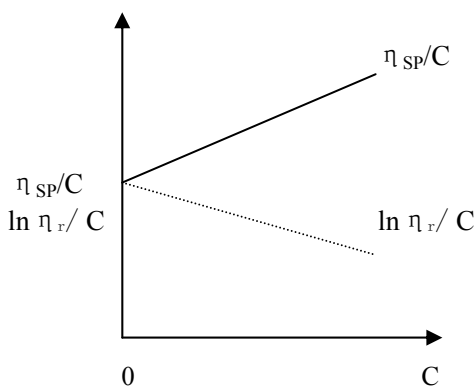


图 1.1 η_{sp}/C 、 $\ln \eta_r/C$ 对 C 关系

由上两式可知：溶液的浓度 C 与溶液的比浓粘度 η_{sp}/C 或与溶液的比浓对数粘度 $\ln \eta_r/C$ 成直线关系（如图 1.1），在给定体系中 K' 和 β 均为常数，这样以 η_{sp}/C 对 C 或以 $\ln \eta_r/C$ 对 C 作图并将其直线外推至 $C=0$ 处，其截距均为 $[\eta]$ 。所以 $[\eta]$ 被定义为溶液浓度趋近于零时的比浓粘度或比浓对数粘度。

式（1-3）中 η_r 称为相对粘度，即为同温度下溶液绝对粘度 η 与溶剂的绝对粘度 η_0 之比，如公式（1-4）：

$$\eta_r = \eta / \eta_0 \quad (1-4)$$

当在同温度下某稀溶液和纯溶剂分别流经同一毛细管的同一高度时，若所需时间分别为 t 和 t_0 ；且 t_0 大于 100 秒时，则它们的相对黏度如（1-5）式：

$$\eta_r = t / t_0 \quad (1-5)$$

式（1-2）中 η_{sp} 称为增比粘度，它被定义为加入聚合物溶质后引起溶剂粘度增加的百分数，即如式（1-6）所示：

$$\eta_{sp} = (\eta - \eta_0) / \eta_0 = \eta_r - 1 \quad (1-6)$$

这样，只需测定不同浓度的溶液流经同一毛细管的同一高度时所需的时间 t 及纯溶剂的流经时间 t_0 ，便可求得各浓度所对应的 η_r 值进而求得各 η_{sp} ， η_{sp}/C 及 $\ln \eta_r/C$ 值，最后通过作图得到 $[\eta]$ 值，这种方法称为外推法。

在许多情况下，由于试样量少或要测定大量同品种的试样，为了简化操作，对于多数线形柔性高分子溶液均符合 $K' \approx 1/3$ ； $K' + \beta = 1/2$ ，则再将（2）、（3）两式联立可得式（1-7）：

$$[\eta] = [2 (\eta_{sp} - \ln \eta_r)]^{1/2} / C \quad (1-7)$$

应用时，使 $\eta_r = 1.30 \sim 1.50$ 为好，因为此时，一点法与稀释法所得的 $[\eta]$ 值的误差在 1% 以内。也可用一点法公式（1-8）计算：

$$[\eta] = [(1 + 4 K' \eta_{sp})^{1/2} - 1] / 2 K' C \quad (1-8)$$

所以只要知道一个浓度下 η_r 和 η_{sp} 值便可通过（1-7）式求出 $[\eta]$ ；若还知道溶液的 K' 值，便可通过（1-8）式求得 $[\eta]$ 。此外，根据一定条件还可导出另一些直接计算 $[\eta]$ 的公式，以上这种测定 $[\eta]$ 的方法称为一点法。本实验就是利用一点法来测涤纶树脂的分子量。

三、实验装置

恒温玻璃水浴一套（包括电加热器、电动搅拌器、温度计、感温元件和温度控制仪）。

乌氏粘度计（如图 1-2）、秒表、吸耳球、50ml 烧瓶、砂芯漏斗（40 ml）、容量瓶（50ml）、锥形瓶、移液管。

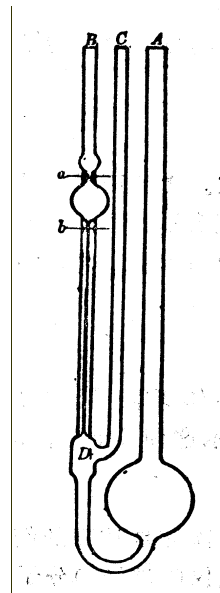


图 1.2 乌氏黏度计

四、实验步骤

1. 试样准备

取清洁的聚酯树脂试样，用干净的剪刀剪成小粒，准确称取 0.1000 克于干净的 50 毫升容量瓶中，用移液管准确移取 20 毫升苯酚—四氯乙烷混合溶剂，在约 80℃ 的磁力搅拌器上加热溶解至透明，取下冷却至室温。

2. 温度调节

仪器安装并检查无误后，接通电源，开动搅拌器，加热水浴，使其温度控制在 $25 \pm 0.1^\circ\text{C}$ ，为使恒温水槽能有效地控制温度，粘度计要放在离搅拌器较远的地方，这样温度波动对粘度计的影响较小。

3. 测定流出时间

将洗净烘干的乌氏粘度计（如图 1.2）垂直放在恒温水浴中，使 G 球完全浸没在水面下，由 A 管用耐酸度漏斗过滤 10~15 毫升苯酚—四氯乙烷混合溶剂于粘度计中，恒温 10 分钟左右，B、C 两管各套一胶管，用吸耳球从 B 管的胶管将溶剂吸至 G 球一半，取下吸耳球，开启 C 管，使空气进入 D 球，以秒表记录溶剂流经 a、b 刻线间的时间，重复三次，其误差不得超过 0.2 秒，取平均值为溶剂的流出时间 t_0 ，倒去溶剂。用漏斗将已配好的溶液过滤一半于粘度计内，用吸耳球抽吸到 G 球 2~3 次后将溶液倒掉，剩下一半于粘度计中，测定其流出时间，重复三次取平均时间 t 。

五、计算

1. η_{sp} 的计算

根据所测的 t 和 t_0 数据由公式 $\eta_r = t/t_0$ 计算 η_r ，再由公式 $\eta_{sp} = \eta_r - 1$ 计算出 η_{sp} 。

2. $[\eta]$ 的计算

可查得涤纶的苯酚—四氯乙烷溶液，在 25℃ 时， $K' = 0.35$ 代入式 (1-8) 可得公式 (1-9)：

$$[\eta] = [(1 + 1.4 \eta_{sp})^{1/2} - 1] / 0.7C \quad (1-9)$$

式中 C 为每 100 毫升溶液中所含试样之克数。将 η_{sp} 之值代入公式 (1-9) 便得 $[\eta]$ 之值。也可用公式 (1-7) 进行计算。

3. \overline{M}_v 计算

由经验表可查得 1:1 苯酚—四氯乙烷聚酯溶液在 25℃ 时， $\alpha = 0.82$ ， $K' = 2.1 \times 10^{-2}$ ，将 α ， K' 之值代入式 (1-1) 便可得 (1-10) 式：

$$\overline{M}_v = \{ [\eta] / (2.1 \times 10^{-2}) \}^{1/0.82} \quad (1-10)$$

试样的粘均分子量便可由式 (1-10) 求得。

六. 讨论与思考题

1. 乌式粘度计与奥氏粘度计比较有些什么优点?
2. 为什么在配制试样溶液时需用移液管正确量取混合溶剂于锥形瓶中，而将溶剂或溶液倒入粘度计中时不需正确量取?
3. 在本实验中影响数据正确性的关键是什么?

实验 2 聚合物拉伸强度及断裂伸长率的测定

一、目的要求

拉伸试验是力学性能中最常用的一种测试方法。它是在规定的试验温度、湿度和拉伸速度下，在试样上沿纵轴方向施加拉伸载荷至断裂。在材料试验机上可测定聚合物试样的屈服强度、断裂强度、断裂伸长率。

二、仪器和材料

微机控制电子万能试验机 CMT6104 是由马达带动横梁，以恒定的速度将试样拉伸，试样受的力可以从拉力传感器直接输到计算机，其伸长可以从位移传感器直接输到计算机，数据经过计算机处理后可以得到相应的应力-应变曲线。

材料：各种聚合物材料标准样条。

三、实验步骤

1. 开机：实验机-打印机-计算机；
2. 进入实验软件（Powertest），选择好联机方向，选择正确的通讯口，选择对应的传感器及引伸仪后联机；
3. 检查夹具，设置好限位装置，设置好标距，在实验软件（Powertest）内选择相应的实验方案，进入实验窗口，输入“用户参数”，设置好实验报告的格式；
4. 将试样在夹具器上夹好，夹试样时，要使试样纵轴与上下夹具中心线相重合，并且要松紧适宜，以防止夹试滑脱或断在夹具内；
5. 点击“运行”，开始自动实验；
6. 试样拉断后，打开夹具取出试样；
7. 重复 4~6 步骤，进行其余试样的测试。若试样断裂在标距以外，此试样作废，另取试样补做；
8. 实验自动结束后，软件显示实验结果，点击“用户报告”，打印实验报告或输出 Excel 数据。

四、计算方法及公式

1. 拉伸屈服强度 σ_y 如式（2-1）：

$$\sigma_y = P_y / bd \quad \text{kg/cm}^2 \quad (2-1)$$

式中， P_y —出现屈服点的载荷，kg

b 一试样原来宽度, cm, 下同

d 一试样原来厚度, cm, 下同。

2. 拉伸断裂强度 σ_e , 如式 (2-2) :

$$\sigma_e = P_c / bd \quad \text{kg/cm}^2 \quad (2-2)$$

式中 P_c 一断裂时载荷, kg

3. 断裂伸长率 ϵ_e %, 如式 (2-3) :

$$\epsilon_e \% = (l_1 - l_0) / l_0 \times 100\% \quad (2-3)$$

式中 l_0 一试样原长度, 20mm

l_1 一断裂时两标线间距离, mm。

五、思考题

1. 改变拉伸速率, 拉伸强度将如何变化?
2. 同样实验条件下, 拉伸同一种聚合物, 但厚、薄尺寸不同的两个试样, 哪个试样的拉伸强度更高, 说明原因。

实验 3 毛细管流变仪测定聚合物熔体流变性

一、实验目的

1. 了解聚物流体的流动特性。
2. 掌握用毛细管流变仪测定聚合物熔体流动特性的实验方法和数据处理方法。

二、基本原理

聚合物熔体（或浓溶液）的流动特性，与聚合物的结构、相对分子质量及相对分子质量分布、分子的支化和交联有密切的关系。了解聚合物熔体的流动特性对于选择加工工艺条件和成型设备等具有指导性意义。聚物流体多属非牛顿流体，并可用式（3-1）表示它们之间的关系。

$$\dot{\gamma} = (\tau - \tau_y)^n / \eta \quad (3-1)$$

式中： $\dot{\gamma}$ 为切变速率，也可用 $d\gamma/dt$ 表示； γ 是切应变； τ 是切应力； τ_y 是屈服切应力； n 为非牛顿指数； η 是粘度。

当 $n=1$ ， $\tau_y=0$ 时，式（3-1）就变成牛顿粘性流动定律，如式（3-2）：

$$\dot{\gamma} = \tau / \eta \quad (3-2)$$

用毛细管流变仪可以方便地测定聚合物的熔体的流动曲线。聚合物熔体在一个无限长的圆管中稳流时，可以认为流体某一体积单元（其半径为 r ，长为 l ）上承受的液柱压力与流体的粘滞阻力相平衡，即如式（3-3）：

$$\Delta p(\pi r^2) = \tau(2\pi r l) \quad (3-3)$$

式中： Δp 为此体积单元流体所受压力差， τ 为切应力如（3-4）式：

$$\tau = \Delta p \cdot r / 2l \quad (3-4)$$

当压力梯度一定时， τ 随 r 增大而线性增大。在管壁处，即 $r=R$ 时，管壁切应力如（3-5）式：

$$\tau_w = \Delta p \cdot R / 2L \quad (3-5)$$

式中： R 和 L 是毛细管的半径和长度， Δp 为流体流过毛细管长度 L 时所引起的压力降。

牛顿流体在毛细管中流动时，具有抛物线状的速度分布曲线。其平均流动线速度如（3-6）式：

$$v = \Delta p R^2 / 8L \eta \quad (3-6)$$

在 r 处的切变速率 $\dot{\gamma}$ 为（3-7）：

$$\dot{\gamma} = -dv/dr = \Delta p \cdot r / 2L \eta \quad (3-7)$$

对 r 积分（边界条件 $r=R$ 时， $v=0$ ）可得流体的流动线速度 $V(r)$ 方程（3-8）：

$$V(r) = (\Delta p R^2 / 4PL) [1 - (r/R)^2] \quad (3-8)$$

式(3-8)对截面积分可得体积流速（ Q ）（3-9）式：

$$Q = \int_0^R V(r) 2\pi r dr = \pi R^4 \cdot \Delta p / 8 \eta L \quad (3-9)$$

由此可得著名的哈根-泊肃尔（Hagen-Poiseuille)的粘度方程（3-10）：

$$\eta = \pi R^4 \cdot \Delta p / 8QL \quad (3-10)$$

在毛细管壁处（ $r=R$ ）的切变速率如式（3-11）：

$$\dot{\gamma}'_w = (dv/dr) = \Delta p \cdot R / 2 \eta L = 4Q / \pi R^3 \quad (3-11)$$

但聚物流体一般不是牛顿流体，需作非牛顿改正，经推导得（3-12）式：

$$\dot{\gamma}_w = \dot{\gamma}'_w \cdot (3n+1)/4n \quad (3-12)$$

式中： n 为非牛顿指数可由（3-13）式，即由未改正的流变曲线斜率求得。

$$n = d \log \tau_w / d \log \dot{\gamma}'_w \quad (3-13)$$

聚合物的表观粘度可由式（3-14）计算：

$$\eta_a = \tau_{wv} / \dot{\gamma}_w \quad (3-14)$$

但是，在实际的测定中，毛细管的长度都是有限的，故式(3-4)应修正。同时，由于流体在毛细管入口处的粘弹效应，使毛细管的有效长度变长，也需对管壁的切应力进行改正，这种改正叫做入口改正。常采用 Bagley (3-15) 式校正：

$$\tau_{wv}^{\text{改正}} = \Delta p / 2 (L/Re) \quad (3-15)$$

式中：Re 即为是 Bagley 校正因子。

Re 的测定方法为在恒定切变速率下测定几种不同长径比 (L/2R) 的毛细管的压力降 Δp ，然后把 Δp -L/R 曲线外推至 $\Delta p=0$ ，便可得到 Re 值。

比较式 (3-5) 与 (3-15) 可得 (3-16) 式：

$$\tau_w^{\text{改正}} = \tau_w / (1 + Re/L) \quad (3-16)$$

一般毛细管较短时，入口效应不可忽略，当 L/R 增大（例如对于聚丙烯 L/2R=40）时，则入口改正可忽略不计。

三、实验仪器及药品

XLY-II 型流变仪：毛细管 (R=0.25mm, L=36mm; R=0.5mm, L=40mm)。

聚苯乙烯，聚丙烯，聚酯（均为粒料）。

四、实验步骤

1. 试样处理

试样在测定流动曲线前先进行真空干燥 2h 以上^①，以除去水分及其它挥发性杂质。

2. 流动速率曲线的测定

①选择适当长径比的毛细管，从料筒下面旋上料筒中，并从料筒上面放进柱塞。

②按照 XLY-II 型流变仪使用说明书接通控制器及记录仪的电源。

③选择实验温度（本实验依试样不同可选择 190℃、210℃、230℃、260℃）和升温速度。

④待温度恒定后，从料筒中取出柱塞，放入约 2g 试样，放进柱塞，并使压头压紧柱塞。恒温 10min 后加压，记录流变速率曲线。

⑤改变负荷，重复上述操作。每个温度共做 5~6 个不同负荷下的流变速率曲线。再改变温度，重复上述操作。

⑥实验结束后，停止加热。乘热卸下毛细管，并用绸布擦净毛细管及料筒^③

五、数据处理

1. $\dot{\gamma}'_w$ 、 τ_w 、 $\dot{\gamma}_w$ 及 η_a 的计算

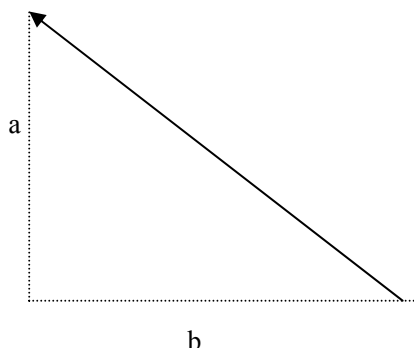


图 3.1 流动速率曲线

记录仪记录的是如图 3.1 的流动速率曲线，横坐标是柱塞下降量（柱塞下降全程 2cm，记录笔移动记录纸 87 格）。柱塞下降所需的时间，可由记录仪走纸速度 v 及走纸距离 a 计算，用直尺量得 a 、 b 的数值（以 cm 表示），则柱塞位移量可由 (3-17) 式计算：

$$\Delta n = 2 \times b / 87 \quad (\text{cm}) \quad (3-17)$$

时间由 (3-18) 式计算：

$$\Delta t = a / v \quad (\text{s}) \quad (3-18)$$

挤出速度可由 (3-19) 式计算：

$$V = \Delta n / \Delta t \quad (\text{cm} \cdot \text{s}^{-1}) \quad (3-19)$$

因为柱塞头横截面积 $s = 1 \text{cm}^2$ ，故熔体的体积流速可由 (3-20) 式计算：

$$Q = V \cdot S = (\Delta n / \Delta t) \cdot S \quad (\text{cm}^3 \cdot \text{s}^{-1}) \quad (3-20)$$

代入式(3-11)可求出 $\dot{\gamma}'_w$ 。再由式(3-5)计算 τ_w ，由式(3-13)计算出非牛顿指数 n 后，再由式(3-12)计算 $\dot{\gamma}_w$ 及由式(3-14)计算表观粘度 η_a 。

2. 绘制流动曲线

①绘制 $\lg \tau_w - \lg \dot{\gamma}_w$ 及 $\lg \eta_a - \lg \dot{\gamma}_w$ 双对数流动曲线，并从曲线的形状讨论聚合物试样的流动类型（注意：图上应标明测试温度及所用毛细管的长径比）。

②在各种温度的 $\lg \eta_a - \lg \dot{\gamma}_w$ 曲线图中，从某相同的切变速率下读取 η_a 值。再绘制等切变速率下的 $\lg \eta_a - 1/T$ 关系曲线，并依式(3-21)从直线的斜率计算该试样的表观粘流活化能 ΔE_n 。

$$\log \eta_a = \log A + \Delta E_n / RT \quad (3-21)$$

六、讨论与思考题

1. 如何从流动曲线上求出零剪切粘度 η_0 并讨论 η_0 与聚合物分子参数的关系。
2. 测定表观粘流活化能 ΔE_n 有何意义？

实验 4 聚合物熔点的测定

熔点是晶态聚合物最重要的热转变温度，是聚合物最基本的性质之一。因此聚合物熔点的测定对理论研究及对指导工业生产都有重要意义。

聚合物在熔融时，许多性质都发生不连续的变化，如热容量、密度、体积、折射率、双折射及透明度等。聚合物的熔融具有热力学一级相转变特征，这些性质的变化都可用来测定聚合物的熔点。本实验采用在显微镜下观察聚合物在熔融时透明度发生变化的方法来测定聚合物的熔点，此法迅速、简便，用料极少，结果也比较准确，故应用很广泛。

一、实验目的

1. 了解显微熔点测定仪的工作原理；
2. 掌握显微熔点测定仪的使用方法；
3. 观察聚合物熔融的全过程。

二、仪器原理

将聚合物试样置于热台表面中心位置，盖上隔热玻璃，形成隔热封闭腔体，热台可按一定速度升温，当温度达到聚合物熔点时，可在显微镜下清晰地看到聚合物试样的某一部分的透明度明显增加并逐渐扩展到整个试样。热台温度用玻璃水银温度计显示。在样品熔化完瞬间，立即在温度计上读出此时的温度，即为该样品的熔点。

三、仪器结构

仪器的光学系统由成象系统和照明系统两部分组成，成象系统由目镜、棱镜和物镜等组成；照明系统由加热台小孔和反光镜等组成。

四、仪器及试样

XT₄型显微熔点测定仪；
单面刀片一盒；
载玻片、盖玻片数片。
聚乙烯、聚丙烯粒料。

五、实验步骤

1. 插上电源，将控温旋钮全部置于零位。
2. 仪器使用前必须将热台预热除去潮气，这时需将控温旋钮调置 100V 处，观察温度计至 120℃，潮气基本消除之后将控温旋钮调至零位。再将金属散热片置于热台中，使温度迅速下降到 100℃以下。

3. 取一片干净载玻片放在实验台台面上，用单面刀片从试样粒料上切下均匀的一小薄片试样，放在载玻片上，盖上盖玻片，用镊子将被测试样置于热台中央，最后将隔热玻璃盖在加热台的上台肩面上。

4. 旋转显微镜手轮，使被测样品位于目镜视场中央，以获得清晰的图象。

5. 将控温旋钮旋到 50V 处，由微调控温旋钮控制升温速度为 2℃~3℃/分钟，在距熔点 10℃ 时，由微调控温旋钮控制升温速度在 1℃/分钟以内，同时开始记录时间和温度，一分钟记录一次。

6. 当在显微镜中观察到试样某处透明度明显增加时，聚合物即开始熔融，记录此时的温度，并观察聚合物的熔融过程，当透明部分扩展到整个试样时，熔融过程即结束，将此时的温度记录下来，此温度即聚合物的熔点；而从刚开始熔融时的温度到熔点之间的温度段即为熔限。

7. 将金属散热片置于热台上，使热台温度迅速下降，当温度降到离聚合物熔点 30℃~40℃ 时，即可进行下次测量，重复测定三次。

8. 测定完毕，将控温旋钮与微调控温旋钮调至零位，再将物镜调起一定高度，拔下电源。

9. 清理实验台上的测试完试样，将实验工具摆放好，结束实验。

六、实验结果记录

实验结果记录见表 4-1:

表 4-1 实验结果记录表

1	时间					开始熔融	熔融结束
	温度℃						
2	时间					开始熔融	熔融结束
	温度℃						
3	时间					开始熔融	熔融结束
	温度℃						
4	熔限	~			℃	熔点	℃

七、讨论与思考题

1. 聚合物熔融时为什么有一个较宽的熔融温度范围？
2. 列举一些其它测定聚合物熔点的方法，并简述测量原理。

实验 5 聚合物熔融指数的测定

一、实验目的

1. 了解熔体流动速率仪的构造及使用方法。
2. 了解热塑性聚合物的流变性能在理论研究和生产实践上的意义。

二、实验原理

所谓熔融指数 (MI) 是指热塑性塑料等热塑性材料在一定的温度, 一定的压力下, 熔体在 10 分钟内通过标准毛细管的重量, 用克/10 分钟表示。以用来区别各种热塑性材料在熔融状态下的流动性能, 用以指导热塑性聚合物材料的合成及加工等工作。一般来说, 熔融指数较大的热塑性聚合物, 其加工性能较好。

三、仪器

熔体流动速率仪是用来表征各种聚合物在粘流态时流动性能的仪器。熔体流动速率仪 (μPXRZ—400C) 由主机、温度测量系统等几部分组成。

1. 主机 (挤出系统)

主机是该仪器的中心也称挤出系统, 它是由炉体、料筒、活塞、口模、砝码等部件构成:

(1) 炉体—由黄铜制成, 外层配以电加热器, 内部装有热敏电阻感温元件。炉体内配装料筒。

(2) 料筒—是该仪器的关键部件之一, 其加工精度和使用维护质量好坏直接影响测试结果。为此在使用中要将此件保护好, 以防碰伤或划伤内孔破坏光洁度。料筒长度为 160mm, 内径为 $\Phi 9.55 \pm 0.02\text{mm}$ 。

(3) 活塞—采用耐腐蚀不锈钢材料制成, 杆长 210 mm, 直径 $\Phi 9 \pm 0.02$, 活塞重量为 106g, 此重量加上砝码重量, 等于实际的负荷重量, 活塞杆的上端刻有相距 30mm 的两个刻线环为试样切割的起止线。

(4) 口模—是用碳化钨材料制成, 与料筒成间隙配合, 外径为 $\Phi 9.55 - (0.03 - 0.06)$, 内径分别有 $\Phi 2.095 \pm 0.005\text{mm}$ 和 $\Phi 1.18 \pm 0.01\text{mm}$ 两种. 高度为 $8 \pm 0.025\text{mm}$, 口模内径大小直接影响测试精度, 为此要经常用专用塞规检测口模内径尺寸。

(5) 负荷 (砝码)—负荷是砝码与活塞重量之和, 精度为 $\pm 0.5\%$ 。本仪器技术条件规定配有九种质量的砝码, 使用时将选定的砝码放置在砝码托盘上, 在升降装置的控制下, 砝码随托盘升降。砝码中有一个基础砝码, 与活塞杆相配, 形成对物料的压力。

砝码质量及标记见表 5-1:

表 5-1 砝码质量及标记表

标 记	质 量 (Kg)
A	0.219 基础砝码
B	0.875
C	1.835
D	3.475
E	4.025
F	4.675
G	6.390
H	0.675
L	1.450

负荷的组成：共有九种负荷选用，其选用组合见表 5-2：

表 5-2 负荷选用组合表

负荷 (K)	砝 码 组 合
0.325	A
1.000	A+H
1.200	A+B
2.160	A+C
3.800	A+D
5.000	A+F
10.000	A+C+G+L
12.500	A+D+E+F
21.600	A+B+C+D+E+F+G

(6) 导向套

导向套的作用是防止活塞在试验过程中如产生摆动时而改变试验力则影响测试精度，为此在试验时必须先将导向套套在活塞杆上，然后一起插入料筒中。

(7) 拉板

拉板由不锈钢板制成，与炉体手柄相联，将拉板向外拉出时，可装卸口模，将拉板向里推到底后，拉板可将口模挡住，且刮刀可转动不受拉板阻碍，但试料样条却可通过口模内孔流出。

(8) 炉体支架

炉体支架是铸铝槽体，槽内是砝码提升控制系统，槽外正面装载炉体。

2. 温度测量系统

本仪器采用精密直读式数字温度计，自动测量温度，它可以直接准确地显示料筒内的任意实际温度值，测量范围 0—400℃，测量精度±0.2℃，分辨率为 0.1℃。它是由分度号为 Pt100 的铂电阻做为测量温度的传感元件，在温度改变时引起铂电阻阻值变化，然后转换成直流电压变化，经过线性化处理后，送到数字电压表显示出实际的温度值。

因测温铂电阻的位置与料筒中心有一定距离，两孔内的温度必然有差异，为了使数字温度计显示的温度等于料筒中的实际温度，在测温系统设置了“内标准”调解机构，在出厂前每台仪器经过严格测试后，得出内标准值，将此数值填在“内标准”格内。

本台仪器得标准值为：-0.7

温度计须经常进行校对，以确保测量的准确度，面板上数字温度计下面设有内标准按钮（开关）和调内标准电位器（在孔内）。仪器通电 1 小时后，按内标准按钮，数字表显示的数值，即为当时的内标准值，如果此时显示的数值与“内标准”的数值不符，可用小改锥伸进调内标准孔内，进行适当调节，直到显示值与给定的“内标准”值一致为止。但误差为正负 1 个字是允许的。

四、测试方法及操作步骤

1. 准备工作

(1) 装取料筒

①取料筒，用大螺刀将料筒按松开箭头方向旋转松开、将料筒的 R 弧对准炉体口部螺丝，垂直轻轻地从底部往上推，直至取出，但不能用力过猛，或用力敲打，避免将料筒损坏。

②装入料筒时，也是将料筒的 R 弧对准炉体口部螺丝钉、垂直轻轻地送入炉膛，然后用螺丝刀按所示锁紧箭头方向旋转锁紧。

注意：当取热料筒时要带手套以防将手烫伤。

(2) 装口模

将炉体的拉板沿水平方向向里推进，然后将口模用清洗口模棒轻轻放入料筒中。

(3) 将活塞套上导向套一起放入料筒。

(4) 接通本仪器电源，将温度定值拨盘拨到所需的温度值后，即开始升温，等数字温度表显示的温度到达所设定的温度值，再恒温 30 分钟，将内标准开关按进去，看温度显示数与说明书上给定的内标准值是否一致，不一致用小改锥调节一下。误差允许有±0.1℃。

(5) 其它准备

①按所需的负荷重量选好砝码

②将料筒清洗棒，口模清洗棒，准备好。

③准备一副防热手套。（厚布手套即可）

④配备一台精度高于千分之一的精密天平和一台托盘小天平。

2. 测试步骤

(1) 试样准备

试样（粒状、条状、片状、模压块等）在测试前根据塑料种类要求先作烘干处理。

(2) 称料，根据试样的预计熔体流动速率按表 3 称取试样。

(3) 装料

当温度稳定在设定值以下（一般恒温为 30 分钟后）将预热的活塞取出，把称好的试料用漏斗加入料筒内，并用活塞将料压实（以减少气泡）整个加料与压实过程须在 1 分钟内完成。

(4) 取样

试样装入后用手或用小砝码加压，使活塞杆上的下环形标记（下刻线）在 5 分钟内（装料时间和恒温时间加在一起）降到离导向套上表面 5-10mm 处，然后加上选定的试验负荷，当下刻线进入料筒时，用剪刀每隔 30s 切取一段试样条，切取 3 至 5 段无气泡试样即可。

(5) 称重计算结果

试样切取冷却后，用精密天平（要求用 0.001g 分析天平）分别称重。（一般试样取 3-5 段），并按式(5-1)计算结果。

$$MFR=600 \cdot W/t(\text{克}/10 \text{分}) \quad (5-1)$$

式中：MFR——熔融指数（克/10 分）

W —— 切取样条重量算术平均值（克）

t —— 切样时间间隔（秒）

（测试结果取两位有效数字）

每次试样平行测定三次，分别求出 MFR 值，如果三次测试结果相对误差超出 10%，应找出原因。

(6) 清洗

①测试完之后，挤出余料，拿出活塞并清洗干净。

②拉出炉体拉板，用清料杆将口模轻轻压下来，并立即用口模清洗棒进行孔内清洗，用棉纱清洗口模外表。

③将棉纱剪成小方块，用清料杆插入料筒内进行清洗，直到清洗干净为止。

以上几种操作都要趁热进行，对一些难清洗的试料可适当加些润滑物辅助清洗，如硅油，石蜡等或其它化学试剂。

五、讨论与思考题

1. 聚合物的熔融指数与其分子量有什么关系?为什么熔融指数只能表示同种结构聚合物分子量的相对数值，而不能在结构不同的聚合物之间进行比较?

2. 是否可以直接切取 10 分钟流出的重量为熔融指数?

3. 讨论本实验中可能产生的实验误差。

实验 6 膨胀计法测聚合物的玻璃化转变温度

聚合物的玻璃化转变是在观察时间范围内，高分子链段的运动由冻结状态向解冻状态的转变，这时的温度称为玻璃化转变温度 (T_g)。

由于在同样的测定条件下，各种聚合物的 T_g 不同，而且对于同一聚合物而言，在 T_g 前后聚合物的力学性质也完全不同，因此玻璃化转变温度是聚合物的一个重要参数。测量 T_g ，研究聚合物的玻璃化转变现象有着重要的理论和实际意义。

一、实验目的和要求

1. 掌握用膨胀计测定 T_g 的方法。
2. 了解升温速率对 T_g 的影响。

二、测定原理

对于非晶态聚合物，当聚合物通过降温从高弹态转变为玻璃态，或者通过升温从玻璃态转变为高弹态的过程称之为玻璃化转变。

对于晶态聚合物来说，玻璃化转变是指其非晶部分所发生的由高弹态向玻璃态（或者玻璃态向高弹态）的转变。因此，玻璃化转变是聚合物中普遍存在的现象。从分子运动的角度，聚合物的玻璃化转变对应于链段运动的“发生”和“冻结”的临界状态。因此，当聚合物发生玻璃化转变时，

其物理和力学性能必然有急剧的变化。如形变、模量、比

容、比热、热膨胀系数、导热系数、折光指数、介电常数等都表现出突变或不连续的变化。根据这些性能的变化，不仅可以测定聚合物的玻璃化转变温度，而且有助于理解玻璃化转变的实质。其中以聚合物的比容在玻璃化转变温度时的变化具有特别的重要性。如图 6.1 所示为非晶态聚乙酸乙烯酯的比容——温度曲线。

曲线的斜率 dv/dT 是体积膨胀率。曲线斜率发生转折所对应的温度就是玻璃化转变温度 T_g ，有时实验数据不产生尖锐的转折，通常是将两根直线延长，取其交点所对应的温度作为 T_g 。实验证明， T_g 具有速率依赖性，如果测试时冷却或升温速率越快，则所测得的 T_g 越高。这表明玻璃化转变

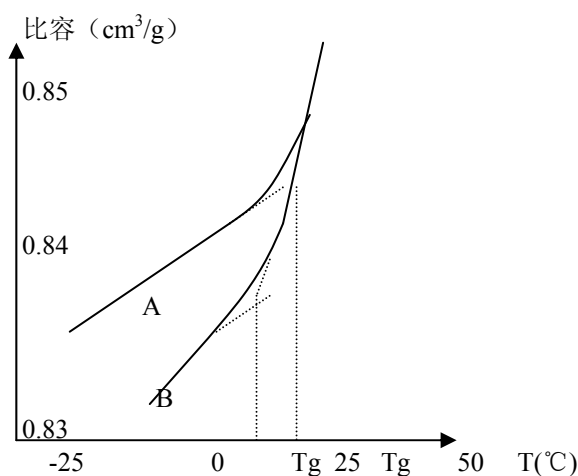


图 6.1 聚醋酸乙烯酯的比容-温度曲线
A-冷却较快 B-冷却较慢

是一种松弛过程。由 $\tau = \tau_0 e^{\frac{\Delta H}{RT}}$ 可知，链段的松弛时间与温度成反比，即温度越高，松弛时间越短，在某一温度下，聚合物的体积具有一个平衡值，即平衡体积。当冷却到另一温度时，体积将作相应的收缩（体积松弛），这种收缩显然要通过分子构象的调整来实现，因此需要时间。显然，温度越低，体积收缩速率越小。在高于 T_g 的温度时，体积收缩速率大于冷却速率，在每一温度下，聚合物的体积都可以达到平衡值。当聚合物冷却到某一温度时，体积收缩速率和冷却速率相当。继续冷却，体积收缩速率已跟不上冷却速率，此时试样的体积大于该温度下的平衡体积值。因此，在比容温度曲线上将出现转折，转折点所对应的温度即为这个冷却速率下的 T_g 。显然冷却速率越快，要求体积收缩速率也越快（即链段运动的松弛时间越短），因此，测得的 T_g 越高。另一方面，如冷却速率慢到聚合物试样能建立平衡体积时，则比容—温度曲线上不出现转折，即不出现玻璃化转变。

三、仪器材料

膨胀计（安培瓶、毛细管）	一套
KDM 调温电热套	一个
温度计（0-100℃）	一支
涤纶树脂颗粒	
烧杯	一个
秒表	一个
乙二醇（EG）	

四、实验步骤

1. 洗净膨胀计，烘干；装入 PET 颗粒至安培瓶的 4/5 体积。
2. 在安培瓶中加入乙二醇作指示液，用玻璃棒搅动，使瓶内无气泡。
3. 用乙二醇将安培瓶装满，插入毛细管，液柱即沿毛细管上升，磨口接头用橡皮筋固定，用滤纸擦去溢出的液体。如果发现管内有气泡必须重装。
4. 将装好的膨胀计固定在夹具上，让安培瓶浸入水浴中，毛细管伸出水浴以便读数。
5. 接通电源，控制水浴升温速率为 1℃/分，每升高 5℃读毛细管内液面高度一次，在 55-80℃之间每升高 2℃或 1℃读一次液面高度，直至 90℃为止。
6. 充分冷却膨胀计，再在 2℃/分的升温条件下，重复读数。

五、数据处理

记录结果如表 6-1。

表 6-1 实验记录结果

样品名称				
温度 $^{\circ}\text{C}$					
毛细管液面高度				

以毛细管液面高度对温度作图, 求出不同升温速率下的 T_g 。

六、讨论与思考题

1. 用自由体积理论解释玻璃化转变过程。
2. 升温速率对 T_g 有何影响? 为什么?
3. 玻璃化转变温度是不是热力学转变温度? 为什么?

实验 7 聚合物聚集态结构的研究—光学显微镜法

一、实验目的

1. 了解偏光显微镜的基本结构和原理；
2. 掌握偏光显微镜的使用方法；
3. 用偏光显微镜观察球晶的形态，估算聚丙烯试样球晶的大小。

二、实验原理

球晶是聚合物结晶的一种最常见的特征形式。当结晶性的聚合物从熔体冷却结晶时，在不存在应力或流动的情况下，都倾向于生成球晶。

球晶的生长过程如图 7.1 所示。球晶的生长以晶核为中心，从初级晶核生长的片晶，在结晶缺陷点发生分叉，形成新的片晶，它们在生长时发生弯曲和扭转，并进一步分叉形成新的片晶，如此反复，最终形成以晶核为中心，三维向外发散的球形晶体。实验证实，球晶中分子链垂直于球晶的半径方向。

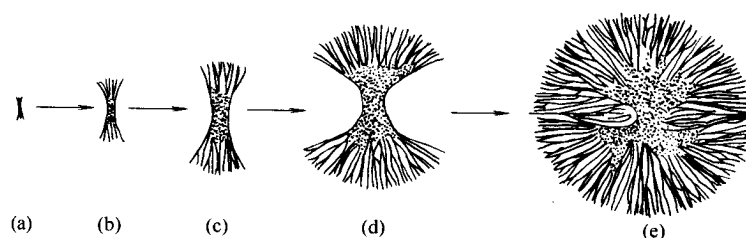


图 7.1 球晶的生长过程

用偏光显微镜观察球晶的结构是根据聚合物球晶具有双折射性和对称性。当一束光线进入各向同性的均匀介质中，光速不随传播方向而改变，因此各方向都具有相同的折射率。而对于各向异性的晶体来说，其光学性质是随方向而异的。当光线通过它时，就会分解为振动平面互相垂直的两束光，它们的传播速度除光轴外，一般是不相等的，于是就产生两条折射率不同的光线，这种现象称之为双折射。晶体的一切光学性质都是和双折射有关。

因此，当来自于起偏振片的偏振光通过球晶样品时首先发生双折射，分成了两束电矢量振动相互垂直的偏振光，它们的偏振方向分别平行于或垂直于球晶的半径方向；由于两个方向上的折射率不同，光线通过样品的传播速度也不同，这样两束光必然要产生一定的相位差，发生干涉现象，结果使得通过球晶某些区域的光线可以通过检偏振片，而通过球晶另一些区域的光线不能通过检偏振片，在照片上形成了明暗的区域，即所谓的黑十字消光图像，如图 7.2 所示。

当聚合物处于熔融状态时，呈现光学各向同性，入射光自起偏镜通过熔体时，只有一束与起偏镜振动方向相同的光波，故不能通过与起偏镜成 90° 的检偏镜，显微镜的视野为暗场。

偏光显微镜是研究晶体形态的有效工具之一，许多重要的晶体光学研究都是在偏光镜的正交场下进行的，即起偏镜与检偏镜的振动平面相互垂直。在正交偏光镜间可以观察到球晶的形态、大小及数目等。

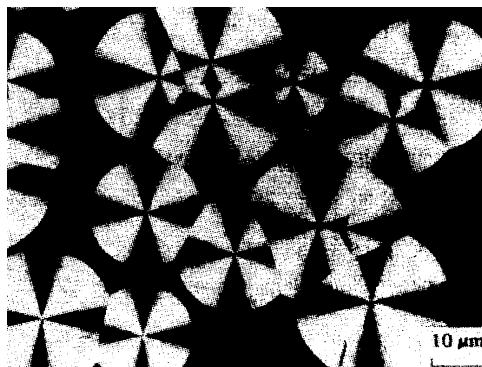


图 7.2 球晶的黑十字消光图像

用偏光显微镜观察聚合物球晶，在一定条件下，球晶呈现出更加复杂的环状图案，即在特征的黑十字消光图象上还重叠着明暗相间的消光同心圆环，这可能是晶片周期性扭转产生的。

三、仪器和材料

XP-201 偏光显微镜；Nikon 照相机，型号 coolpix4500；熔点仪；恒温热台；镊子；载玻片；聚丙烯。

四、准备工作

将一载玻片放在 200°C 的熔点仪上，在载玻片上放一小粒聚丙烯样品，待样品熔融，盖上另一载玻片，压成薄膜。再熔融 10min，以消除原有的微晶结构，之后迅速转移至 120°C 的恒温热台上结晶一定时间待用。

五、实验步骤

1. 选择合适的放大倍数的目镜，目镜需带有分度尺，把载物台显微尺放在载物台上，调节焦距至显微尺清晰可见，调节载物台使目镜分度尺与显微尺基线重合。显微尺长 1.00mm，等分为 100 格，观察显微尺 1mm 占分度尺几十格，即可知分度尺 1 格为多少 mm。
2. 将制备好的样品放在载物台上，在正交偏振条件下观察球晶形态，读出相邻两球晶中心连线在分度尺上所占的格数，将格数乘以 mm/格（已经过显微尺标定）即可估算出球晶直径。
3. 同时用 Nikon 照相机拍摄球晶形态。

六、数据处理

1. 输出用偏光显微镜所拍摄到的球晶形态图像。
2. 记录球晶直径。

七、讨论与思考题

1. 偏光显微镜下聚丙烯球晶的结晶形态是什么样的？
2. 球晶的形成条件是什么？球晶的生长过程怎样？
3. 为什么球晶在正交的偏光显微镜下呈现“黑十字”消光图案？

实验 8 纤维应力-应变曲线测定

强度及延伸度是评定纤维或纱线机械性能方面最重要的指标之一，对于纤维的纺织加工以及产品的应用均有很大关系。因此测定纤维的拉伸性能，绘制纤维的应力-应变曲线是很重要的。

一、实验目的

1. 掌握强度的测试原理及测试方法，掌握纤维电子强力仪的使用方法及工作原理；
2. 了解纤维在拉伸应力作用下的形变行为，测试短纤维的应力-应变曲线；
3. 通过应力-应变曲线评价材料的力学性能(初始模量, 断裂强度, 断裂伸长率), 比较不同短纤维的断裂韧性。

二、实验原理

应力-应变曲线是纤维的负荷-延伸曲线，它反映了纤维在受到逐渐增加的轴向作用力而产生延伸，直至断裂的全过程中负荷与伸长的依赖关系。由于成纤聚合物大分子的结构特点，其聚合物的长链分子中具有多重运动单元，因而在外力的作用下，纤维要根据外力作用情况而产生相应的形变，典型的应力应变曲线如图 8.1 所示：

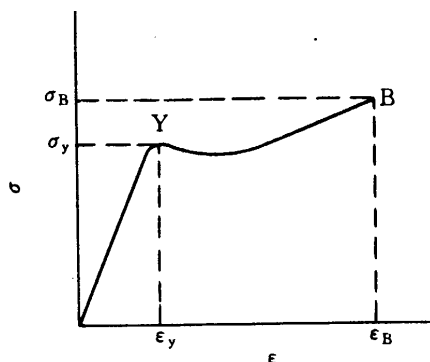


图 8.1 典型的应力应变曲线

由上图我们可以得到纤维材料的以下几项主要力学性能指标：

1. 断裂强度：被拉伸纤维在断裂时所对应的应力，它表征了材料抵抗外力破坏的能力。本实验用相对强度来表示，即纤维的绝对强度与纤度的比值，单位为CN/dtex, N/dtex等。在典型的应力-应变曲线中B点为断裂点，所对应的应力为断裂强度 σ_B （绝对强力）。

2. 断裂伸长率：纤维在断裂时所达到的伸长率，用纤维试样原长的百分增长率来表示（%）。在典型的应力-应变曲线中 ϵ_B 所对应的坐标值为断裂伸长率。

3. 初始模量：伸长为 1%时，单位纤度的纤维所需要的负荷，此参数表征纤维对小延伸的抵抗能力。一般取伸长为 1%时，单位纤度的应力和应变的比值，即 $E = (1\% \text{时的}) \text{ 应力} / (\text{纤度} \times 1\%)$ ，其单位为 CN/dtex。

4. 屈服点：Y点为屈服点，Y点以前是弹性区域，普弹形变，Y点以后试样呈现塑性行为。Y点所对应的应力和应变分别称为屈服应力 σ_y (或称屈服强度) 和屈服应变 ϵ_y ，(或称屈服伸长率)。出现屈服的断裂为韧性断裂，不出现屈服的断裂为脆性断裂。

5. 断裂功：断裂时外力对纤维所作的总功，即纤维受拉伸至断裂时所吸收的总能量。用应力-应变曲线下面所包含的面积表示为了对各种纤维的纤度和原始长度作相互比较，又常采用断裂比功来表示：断裂比功=断裂功/试样纤度×试样长度。

三、实验步骤

1. 打开仪器电源, 预热 15-20 分钟

2. 仪器调零

挂上上夹持器, 按降键, 调节主机面板上的粗调旋钮使负荷显示值在 1.0 左右, 然后调节细调钮使负荷显示值为 0.0.

3. 仪器调满

根据试样的断裂强力, 选择适当的负荷值满度值 (例如某试样的断裂强力在 15cN 左右, 则满度值可选 20cN). 挂上相应的砝码, 调节主机面版上的满度旋钮, 使负荷显示值等于砝码的名义值。

4. 记录仪的调零与调满

a. 根据所选的负荷满度值选好合适的记录仪量程, 对应关系见表 8-1。:

表 8-1 负荷满度值与记录仪量程的合适对应关系

负荷满度值 (cN)	10	20	50	100
记录仪量程 (cN)	100	200	500	1000

b. 在调节好仪器的零位后, 调节记录仪上的调零旋钮使记录笔指示在记录纸零位.

c. 在调节好仪器的满度侯, 记录笔液应指示在记录纸的满度处, 满刻度误差不大于±1%满量程

注: (1) 调零于调满时, 功能选择与下降速度选择这两组键都不要按下.

(2) 若不用记录仪, 则步骤可以忽略.

(3) 调零与调满最好能反复行进 2 到 3 次, 以保证精度.

(4) 调零与调满在每次试验开始前进行.

5. 夹持好试样, 选择功能 II 键, 下降速度选择 10mm 按钮, 打开记录仪记录笔的按钮, 电机打开, 按下”降”按钮, 观察应力-应变的值的变化的, 得出断裂强度-断裂伸长率的值, 直到得到三组比较接近的值为止。.

四、讨论与思考题

1. 根据应力-应变曲线判断两种纤维断裂属何种断裂？
2. 比较两种纤维的相对断裂强度的大小和断裂伸长的大小。

实验 9 密度法测定聚合物结晶度

一、实验目的

1. 学习密度法测定聚合物结晶度的原理和方法；
2. 区别和理解用体积百分数和质量百分数表示的结晶度；
3. 掌握比重瓶的正确使用方法。

二、实验原理

在聚合物的聚集态结构中，分子链排列的有序状态不同，其密度就不同。有序程度愈高，分子堆积愈紧密，聚合物密度愈大，或者说比容愈小。聚合物在结晶时，分子链在晶体中作有序堆积，使晶区的密度 ρ_c 高于非晶区的密度 ρ_a 。如果采用两相结构模型，即假定结晶聚合物由晶区和非晶区两部分组成，且聚合物晶区密度与非晶区具有线性加和性，见 (9-1) 式：

$$\rho = f_c^V \rho_c + (1 - f_c^V) \rho_a \quad (9-1)$$

进而可得 (9-2) 式：

$$f_c^V = \frac{\rho - \rho_a}{\rho_c - \rho_a} \quad (9-2)$$

若假定晶区和非晶区的比容具有加和性，则有 (9-3) 式：

$$v = f_c^W v_c + (1 - f_c^W) v_a \quad (9-3)$$

得 (9-4) 式：

$$f_c^W = \frac{v_a - v}{v_a - v_c} = \frac{1/\rho_a - 1/\rho}{1/\rho_a - 1/\rho_c} \quad (9-4)$$

式中： ρ ， ρ_c ， ρ_a ——分别为聚合物、晶区和非晶区的密度；

v ， v_c ， v_a ——分别为聚合物、晶区和非晶区的比容；

f_c^V ——用体积百分数表示的结晶度；

f_c^W ——用质量百分数表示的结晶度。

由式 (9-3) 和式 (9-4) 可知，若已知聚合物试样完全结晶体的密度 ρ_c 和聚合物试样完全非结晶体的密度 ρ_a ，只要测定聚合物的密度 ρ ，即可求得其结晶度。

本实验采用悬浮法，测定聚合物试样的密度，即在恒温条件下，在加有聚合物试样的试管中，调节能完全互容的两种液体的比例，待聚合物试样不沉也不浮，悬浮在混合物液体中部。根据阿基

米德定理可知，此时混合液体的密度与聚合物试样的密度相等，用比重瓶测定该混合液体的密度，即可得聚合物试样的密度。

三、仪器和试剂

1. 25mL 比重瓶一只，50mL 试管一支，玻璃搅拌棒一根，滴管 2 支，卷筒纸和电子天平。
2. 聚乙烯试样 A(粒状)，聚乙烯试 B(片装)，蒸馏水，95%乙醇(CP)。

四、准备工作

1. 筛选聚合物试样。
2. 洗净并烘干比重瓶。
3. 开启电子天平预热。

(为了节约时间，以上准备工作可由指导教师事先做好。)

五、实验步骤

1. 在试管中加入 95%乙醇 15mL，然后加入一、二粒聚乙烯试样，用滴管加入蒸馏水，同时上下搅拌，使液体混合均匀，直至样品不沉也不浮，悬浮在混合液中部，保持数分钟，此时混合液体的密度即为该聚合物样品的密度。

2. 混合液体密度的测定。先用电子天平称得干燥的空比重瓶的质量，然后取下瓶塞，灌满被测混合液体盖上瓶塞，多余液体从毛细血管溢出。然后用卷筒纸擦去溢出的液体，称得装满混合液体后比重瓶的质量 W_1 。之后倒出瓶中液体，用蒸馏水洗涤数次后再装满蒸馏水，擦干瓶体，称得装满蒸馏水后比重瓶的质量 $W_{水}$ ，若已知实验温度下蒸馏水的密度 $\rho_{水}$ ，则混合液体的密度可按式(9-5)求得：

$$\rho = \frac{W_1 - W_0}{W_{水} - W_0} \rho_{水} \quad (9-5)$$

3. 取另外一只干燥的比重瓶，换一种聚乙烯试样，重复步骤(1)和步骤(2)。

六、数据处理

1. 按式(9-5)计算两种待测样品的密度。
2. 从有关手册上查出聚乙烯完全结晶体的密度和完全非晶体的密度，并按式(9-2)和(9-4)计算两种聚乙烯试样的结晶度。

七、注意事项

1. 两种液体应充分搅拌均匀。

2. 比重瓶的液体要加满，不能有气泡。
3. 先称空瓶的质量，再称装混合液体的质量，最后称装满蒸馏水的质量。

八、讨论与思考题

1. 组成混合液体的各组分该满足什么条件？
2. 体积结晶度和质量结晶度的物理意思是什么？密度法测的是哪一种？
3. 影响测量结果的因素有哪些？

实验 10 声速法测纤维取向度

纤维的取向度是表征纤维材料超分子结构和力学性质的一个重要参数，准确地测定纤维取向度是生产控制和纤维物理研究中的一个重要问题。纤维取向度的测定方法，如 X-射线衍射法，双折射法，二色性法等，虽有所别，但其原理均是依据合成纤维在光学和力学上各向异性，测试程度都比较烦琐。声速法是一种较新的测定纤维取向度的一种方法。

一、实验目的

1. 通过本实验，了解用声速法测定纤维取向度的基本原理。
2. 学会使用声速仪测定纤维取向度的操作方法。

二、实验原理

声速法的基本原理是根据纤维中的高分子链取向所致的声波传播的各向异性，在理想的取向情况下，声波沿纤维轴方向，通过分子内键合原子的振动而传播，此时声波最大。当声波传播垂直于分子链方向时，依靠分子间的振动，声速最小。实验上因为大分子链总不是与纤维轴成理想取向的状态，因此纤维的各种实际声速值随取向度的增加而增高，声波以纵波形式在聚合物中传播的分子机理有下面三种：

(1) 声波振动方向与取向的分子垂直，因而振动波动通过被拉伸分子振动传播的。

(2) 声波振动方向与分子链平行，声波的传播是通过已拉直的分子链上原子的振动而传播的。

(3) 声波传播方向与分子链成 θ 角， θ 角是分子链与纤维轴的取向度。

由取向函数的定义式：

$$f = 1/2 (3\cos^2\theta - 1) \quad (10-1)$$

其中 θ 角为分子链主轴方向与取向方向的夹角，可推导出计算声速法测取向度的基本公式：

$$f = 1 - (C_u/C)^2 \quad (10-2)$$

其中， C_u 为声波在完全未取向的聚合物中的传播速度； C 为待测聚合物取向方向上的传播速度。

由此式求纤维的声速取向度，只需要两个实验量。即测定试样的声速 C 和该纤维在无规取向时的声速值 C_u ，测定纤维的 C_u 值一般有两种方法。一种方法是制备聚合物无取向的薄膜，然后测定声速。另一种方法是外推法，即先通过实验，绘出不同抗拉伸倍数下的声速曲线，然后将曲线外推至拉伸倍数为零处的声速值。表示该纤维的无规取向声速值 C_u 。表 1 列出几种主要品种的 C_u 值以供参考。

表 10-1 几种主要纤维品种的 C_0 值

聚合物	声速		单位：千米/秒
	薄膜	纤维	
涤纶	1.4	1.4	
尼龙 66	1.3	1.3	
粘胶		2.0	
腈纶		2.1	

三、测定方法

纤维的温度、湿度，特别是湿度对声速有一定的影响。因此在进行测定时，应尽量在恒温恒湿下进行，或将试样预先在 25°C RH60% 左右的条件下放置 24 小时，即可进行测量。

仪器接上电源，开始即可使用。取一段待测试样纤维，对折或一端打结挂在发振器的小钩上，另一端跨过滑轮，吊一个适当的配重码。（标准为 0.1 克/旦）在导轮上移动滑轮架的位置。使记重码的悬挂高度适当，并将被测试样拉紧，将接收器移至 10cm 接收处再将试样纤维挂在接收器的能针上，使计时数字稳定后，读取第一个传播时间。然后将纤维从触针上脱开，向右移动接收器，根据试样纤维的长度和测试要求，每隔一定距离测定一组数据。将所得到的长度，对时间做图，所得直线斜率即为声速 C 。

因为电路有一定的延迟时间，所以不能由一个测量点的数据来计算声速。

使用仪器时，要注意保护发振器上和接触器上的两个小钩。

四、数据处理

1. 将所得的长度对时间数据做图，并求出声速。
2. 再由 (10-2) 式计算纤维的取向度。

五、讨论与思考题

1. 什么是纤维的取向度？
2. 测量纤维取向度还有哪些方法，哪种最为简单，简述其原理。

实验 11 聚合物的热分析——差示扫描量热法 (DSC)

差示扫描量热法是在差热分析 (DTA) 的基础上发展起来的一种热分析技术。它被定义为：在温度程序控制下，测量试样相对于参比物的热流速率随温度变化的一种技术。简称 DSC (Differential Scanning Calorimetry)。

DSC 技术克服了 DTA 在计算热量变化的困难，为获得热效应的定量数据带来很大方便，同时还兼具 DTA 的功能。因此，近年来 DSC 的应用发展很快，尤其在高分子领域内得到了越来越广泛的应用。它常用于测定聚合物的熔融热、结晶度以及等温结晶动力学参数，测定玻璃化转变温度 T_g ；研究聚合、固化、交联、分解等反应；测定其反应温度或反应温区、反应热、反应动力学参数等，业已成为高分子研究方法中不可缺少的重要手段之一。

一、目的和要求

了解差示扫描量热法的基本原理及应用范围，掌握测定聚合物熔点、结晶度、结晶温度及其热效应的方法。

二、实验原理

DSC 和 DTA 的曲线模式基本相似。它们都是以样品在温度变化时产生的热效应为检测基础的，由于一般的 DTA 方法不能得到能量的定量数据。于是人们不断地改进设计，直到有人设计了两个独立的量热器皿的平衡。从而使测量试样对热能的吸收和放出（以补偿对应的参比基准物的热量来表示）成为可能。这两个量热器皿都置于程序控温的条件下。采取封闭回路的形式，能精确、迅速测定热容和热焓，这种设计就叫做差示扫描量热计。

DSC 体系可分为两个控制回路。一个是平均温度控制回路，另一个是差示温度控制回路，在平均温度控制回路中，由程序控温装置中提供一个电信号，并将此信号于试样池和参比池所需温度相比较，与之同时程度控温的电信号也接到记录仪进行记录。现在看一下程序温度与两个测量池温度的比较和控制过程。比较是在平均放大器内进行的，程序信号直接输入平均放大器，而两个测量池的信号分别由固定在各测量池上的铂电阻温度计测出，通过平均温度计算器加以平均后，再输入平均温度放大器。经比较后，如果程序温度比两个测量池的平均温度高，则由放大器分别输入更多的电功率给装在两个测量池上的独立电热器以提高它们的温度。反之，则减少供给的电功率，把它们的温度降到与程序温度相匹配的温度。这就是温度程序控制过程。

DSC 与 DTA 所不同的是在测量池底部装有功率补偿器和功率放大器。因此在示差温度回路里，显示出 DSC 和 DTA 截然不同的特征，两个测量池上的铂电阻温度计除了供给上述的平均温度信号外，还交替地提供试样池和参比池的温度差值 ΔT 。输入温度差值放大器。当试样产生放热反应时，试样池的温度高于参比池，产生温差电势，经差热放大器放大后送入功率补偿放大器。

在补偿功率作用下，补偿热量随试样热量变化，即表征试样产生的热效应。因此实验中补偿功率随时间（温度）的变化也就反映了试样放热速度（或吸热速度）随时间（温度）的变化，这就是

DSC 曲线。它与 DTA 曲线基本相似，但其纵坐标表示试样产生热效应的速度（热流率），单位为毫卡（毫焦）/秒，横坐标是时间或温度，即 $dH/dt - t$ （时间或温度 T）曲线（见图 6-2）。同样规定吸热峰向下，放热峰向上，对曲线峰经积分，可得试样产生的热量 ΔH 。

1. DSC 与 DTA 的差别

DSC 与 DTA 相比，虽然曲线相似，但表征有所不同。DTA 测定的是试样与参比物的温度差，而 DSC 测定的是功率差 ΔH_c ，功率差直接反应了热量差 ΔH_c ，这是 DSC 进行定量测试的基础。

在 DTA 方法中，当试样产生热效应时， $\Delta T \neq 0$ ，此时样品的实际温度已不是程序升温所控制的温度，这就产生了样品和基准物温度的不一致。由于样品池与参比池在一起，物质之间只要存在温度差，二差之间就会有热传递，因此给定量带来困难，在 DSC 方法中，样品的热量变化由于随时得到补偿。样品与参比物无温差 $\Delta T = 0$ ，二物质间无热传递。因此在 DSC 测试中不管样品有无效应，它都能按程序控制进行升、降温。

而最重要的是在 DTA 中仪器常数 K（主要表征的是热传导率）是温度的函数，即仪器的量热灵敏度随温度的升高而降低，所以它在整个温度范围内是——变量，需经多点标定，而 DSC 中 K 值与温度无关，是单点标定。

2. DSC 曲线的标定

温度的标定：

DSC 与 DTA 一样，同样需要对温度进行标定，由于 DSC 求测的是样品产生的热效应与温度的关系，因此仪器温度示值的标准性非常重要。当然仪器在出厂之时进行过校正。但在使用过程中仪器的各个方面会发生一些变化，使温度的示值出现误差。为提高数据的可靠性，需要经常对仪器的温度进行标定，标定的方法是采用国际热分析协会规定的已知熔点的标准物质（见表 11-1）。99.999% 的高纯钢、高纯锡、高纯铅在整个工作温度范围内进行仪器标定，具体方法是将几种标准物分别在 DSC 仪上进行扫描。如果某物质的 DSC 曲线上的熔点与标准不相符。说明仪器温度示值在该温区出现误差。此时需调试仪器该温区温度，使记录值等于或近似于标准值（仪器调试方法见仪器说明书）。

表 11-1 标准物质的转变温度及热量

物质名称	转变类型	转变温度 (°C)	热量 (卡/克)
KNO ₃	多晶转变	127.7	12.8
In	熔融	156.6	6.8
Sn	熔融	231.9	14.6
KClO ₄	分解	299.5	26.5
Ag ₂ SO ₄	多晶转变	412	
Pb	熔融	327.4	5.5
Zn	熔融	419.5	24.4
AgNO ₃	多晶转变	160	
	熔融	212	
SiO	脱水	400	210
SiO ₂	多晶转变	573	4.83
NaCl	熔融	804	117

3. 影响 DSC 曲线的因素

DSC 的原理及操作都比较简单,但要获得精确结果必需考虑诸多的影响因素。下面介绍一下主要的仪器因素及样品影响因素。

(1) 仪器影响因素

a 气氛的影响

气氛可以是惰性的,也可以是参加反应的,视实验要求而定。测定时所用的气氛不同,有时会得到完全不同的 DSC 曲线。例如某一样品在氧气中加热会产生氧化裂解反应—先放热,后吸热;如在氯气中进行,产生的是分解反应—吸热反应。二者的 DSC 曲线就明显不同。

气氛还可分为动态和静态两种形式。静态气氛通常是密闭系统。反应发生后样品上空逐渐被分解出的气体所充满。这时由于平衡的原因会导致反应速度减慢。以致使反应温度移向高温。而炉内的对流作用使周围的气氛(浓度)不断的变化。这些情况会造成传热情况的不稳定。导致实验结果不易重复。反之在动态气氛中测定,所产生的气体能不断地被动态气氛带走。对流作用反而能保持相对的稳定,实验结果易重复。另外气体的流量应严格控制一致。否则结果将不会重复。

b 温度程序控制速度

加热速度太快,峰会偏高,峰面积偏大,甚至会降低两个相邻峰的分辨率。对聚合物的玻璃化的转变来说,是一个分子链段运动状态的松弛过程。对升(降)温速度有强烈依赖性。升温速度较慢时,大分子链段即可在较低的温度下吸热解冻。使 T_g 向低温移动,当升温速度极慢时,则根本观察不到玻璃化转变。因此,通常采用 10°C/分。

(2) 样品因素

a 试样量

试样量同参比物的量要匹配，以免两者热容相差太大引起基线漂移。试样量少，峰小而尖锐，峰的分辨率高。重视性好。并有利于与周围控制气氛相接触。容易释放裂解产物，从而提高分析效果；试样量大，峰大而宽，峰温移向高温。但试样量大，对一些细小的转变，可以得到较好的定量效果。对均匀性差的样品，也可获得较好的重复结果。

b 试样的粒度及装填方式

试样粒度的大小，对那些表面反应或受扩散控制反应（例如氧化）影响较大。粒度小、峰移向低温方向。装填方式影响到试样的传热情况，尤其对弹性体。因此最好采用薄膜或细粉状试样。并使试样铺满盛器底部，加盖封紧，试样盛器底部尽可能平整。以保证和样品池之间的加盖接触。

三、实验仪器及样品

DSC ----METTLER TOLEDO 公司生产。

样品 PET（聚对苯二甲酸乙二醇酯）等。

四、实验步骤

1. 打开氮气瓶，控制流量在 200ml 左右；
2. 打开制冷设备；
3. 打开 DSC 的电源预热 30 分钟；
4. 预热期间制备样品：将样品用到剪刀或刀片切碎，用电子天平准确称量（5-10mg）放入卷边坩埚内，封严。
5. 预热 30 分钟后，打开电脑 DSC 温度控制软件，设定实验方法和温度控制程序，开始实验，按照计算机指示进行操作。
6. 实验完毕先退出温度控制程序，然后关闭制冷设备，十分钟后关闭 DSC 的电源。
7. 关闭氮气瓶，拔掉所有电源。
8. 收拾实验用品，摆放回原位。

五、数据处理

1. 温度的确定

DSC 曲线峰温的确定，一般有三种，一是采用峰顶温度为峰温；二可从峰两侧最大斜度处引切线、相交点对应的温度为峰温；三由峰的前部斜率最大处作切线与基线延长线相交的所谓外推始点的对应温度为峰温。

玻璃化转变是一个自由体积松弛过程，并非热力学的相交，故在升温的过程中没有热效应产生，只是由于运动单元的变化。使比热发生突变。使 DSC 曲线的基线向下偏移，形成一台阶形，玻

璃化转变前的基线沿线与转折沿线的交点温度即为 T_g ，或者在基线发生转折之处，即玻璃化转变前后的直线部分取切线。再在转折曲线上取一点，使其平分两切线间的距离，此点对应的温度为 T_g 。

2. 根据 DSC 图测定出熔融温度、结晶温度，计算出结晶度。

五、讨论与思考题

1. DSC 测试中影响实验结果的因素有那些？
2. 讨论 DSC 测试方法的应用。
3. DSC 的基本原理使什么？在聚合物研究中有那些用途？

实验 12 聚合物紫外-可见吸收光谱分析

一、实验目的

1. 掌握紫外-可见吸收光谱法分析测试的基本原理；
2. 学习紫外-可见吸收光谱仪的使用方法；
3. 学习使用 Origin 软件绘制实验曲线的基本方法

二、实验内容

1. 测试不同反应条件制备的银纳米微粒的紫外-可见吸收光谱；
2. 分析并比较不同样品的紫外-可见吸收光谱。

三、方法原理

紫外光谱 (ultraviolet spectroscopy, UV) 是吸收光谱。通常说的紫外光谱的波长范围是 200~400nm, 常用的紫外光谱仪的测试范围可扩展到可见光区域, 包括 400~700nm 的波长区域。

紫外-可见吸收光谱是电子跃迁的结果, 当外层电子吸收紫外或可见光以后, 可以从基态向激发态跃迁, 跃迁的同时伴随着分子的振动和转动, 因此形成带状的紫外-可见吸收光谱。不同结构的样品分子, 其电子的跃迁方式是不同的, 吸收光的波长范围不同和吸收光的几率也不同, 故而可根据波长范围、吸光强度鉴别不同物质的结构。

由于银纳米微粒可以在可见或近紫外波段产生特征吸收峰。因此在过去二十几年的时间内, 有关银纳米材料的研究在世界范围内引起了广泛重视。目前银纳米微粒已经在制备有机/无机纳米杂化发光器件、纳米生物传感器和具有抗菌功能的高分子材料中展示了很好的应用前景。通过各种不同化学方法所制备得到的球形银纳米微粒, 大多数情况下在 420~430nm 处可以产生明显的纳米银所具有的特征吸收峰。

四、试剂

聚乙烯吡咯烷酮;
无水乙醇;
硝酸银。

五、仪器与设备

PE 公司生产 Lamada25 紫外-可见吸收光谱仪。

六、操作步骤

1. 制备银纳米粒子

以聚乙烯吡咯烷酮（PVP）为大分子稳定剂，硝酸银（ AgNO_3 ）为反应原料，无水乙醇为反应介质，在乙醇的回流温度下通过溶液化学反应的制备银纳米微粒（此部分工作有指导教师完成）。

2. 通过紫外-可见吸收光谱仪对所制备的银纳米微粒的凝胶进行测试分析。具体实验步骤如下：

- (1) 打开电源，对光谱仪进行预热，时间为 20~30 分钟；
- (2) 打开电脑电源，进入 Windows 操作界面；
- (3) 选择 UVlab，并双击进入英文操作界面；
- (4) 选择 File 菜单，按 Scan，进入参数选择界面；
- (5) 选择相关扫描参数，放入两只装有一定量溶剂的比色池；
- (6) 按 Start，进行背底校正；
- (7) 背底校正结束后，取出样品池，放入待测样品，进行扫描；
- (8) 扫描结束后，退出到 Windows 操作界面。

七、讨论与思考题

1. 紫外-可见吸收光谱法分析测试的基本原理是什么？
2. 紫外-可见吸收光谱仪的作用是什么？

实验 13 红外光谱法鉴定聚合物的结构特征

红外光谱是研究聚合物结构与性能关系的基本手段之一。广泛用于聚合物材料的定性定量分析，如分析聚合物的主链结构、取代基位置、双键位置以及顺反异构、测定聚合物的结晶度、极化度、取向度，研究聚合物的相转变，分析共聚物的组成和序列分布等。红外光谱分析具有速度快、试样用量少并能分析各种状态的试样等特点。总之，凡微观结构上起变化、在图谱上能得到反映的，都可以用红外光谱来研究。

一、实验目的

1. 掌握 Nicolet 470 FT-IR 仪器的使用方法。
2. 掌握红外光谱法鉴定化合物的方法和基本原理。
3. 掌握样品制备的方法。
4. 了解 OMNIC 采样器的使用方法。

二、基本原理

按照量子学说，当分子从一个量子态跃迁到另一个量子态时，就要发射或吸收电磁波，两个量子状态间的能量差 ΔE 与发射或吸收光的频率 ν 之间存在如下关系，如式(13-1)：

$$\Delta E = h \nu \quad (13-1)$$

式中， h 为普朗克(Planck)常数，等于 $6.626 \times 10^{-34} \text{J} \cdot \text{s}$ 。

红外光谱的波长在 $2 \sim 50 \mu\text{m}$ 之间。因为红外光量子的能量较小，当物质吸收红外区的光量子后，只能引起原子的振动和分子的转动，不会引起电子的跳跃，因此不会破坏化学键，而只能引起键的振动，所以红外光谱又称振动转动光谱。红外发射光谱很弱，通常测量的是红外吸收光谱。

分子中原子的振动是这样进行的：当原子的相互位置处在相互作用平衡态时，位能最低，当位置略微改变时，就有一个回复力使原子回到原来的平衡位置，结果像摆一样作周期性的运动，即产生振动。原子的振动相当于键合原子的键长与键角的周期性改变。共价键有方向性，因此键角改变也有回复力。

按照振动时发生键长和键角的变化，相应的振动形式有伸缩振动和弯曲振动，对于具体的基团与分子振动，其形式、名称则多种多样。对应于每种振动方式有一种振动频率，振动频率的大小一般用“波数”来表示，单位是 cm^{-1} (注意：波数不等于频率。波数可 $\bar{\nu} = 1/\lambda$ ；频率 $\nu = c/\lambda$ ； c 是光速， $c = 2.9979 \times 10^8 \text{m/s}$)。

当多原子分子获得足够的激发能量时，分子运动的情况非常复杂。所有原子核彼此作相对振动，也能与整个分子作相对振动，因此振动频率组很多。某些振动频率与分子中存在一定的基团有关，键能不同，吸收振动能也不同。因此，每种基团、每种化学键都有特殊的吸收频率组，犹如人

的指纹一样。所以可以利用红外吸收光谱鉴别出分子中存在的基团、结构的形状、双键的位置、是否是结晶以及顺反异构等结构特征。

红外光谱仪(通常称红外分光光度计)的结构基本上由光源、单色器、检测器、放大器和记录系统组成。

红外光源通常用能斯特灯(Nernst)或硅碳棒,它们在结构上与加热板里的加热丝相似,将光源加热到足够温度,使辐射器能发生最大强度的光线,其波长范围包括红外光谱仪所用的整个光谱区。

使到达检测器的每一波长的光强度都能维持恒定是很重要的,否则就不能保持稳定的基线。由于光源发出的光强度随频率的降低而减弱,所以必须将此效应补偿掉。

为此,采用一种自动调节的狭缝,这种狭缝与照相机的光圈一样,当需要时可以打开,使衰减的光线通过得更多些。从光源发生的准直光线借着一系列反射镜和透镜的作用,使之沿着预定的光路前进。由于光线必须通过大气层,而大气中含有二氧化碳和水这两种有红外活性的化合物(它们与对称的双原子气体如氧和氮等物的性质不同,后者对红外线是没有作用的)。所以就产生了另一个问题,这个问题可以用双光束的方法来解决:一束光线只通过大气(参比光束),另一束光线则通过样品和大气(试样光束),这两束平行的光线是从同一个光源用分开的镜子反射出来的,所以其强度是一样的。仪器的结构可以自动地从记录谱图上扣掉参比光束的吸收,从而得到只由试样产生的谱图。用棱镜或衍射光栅作单色器。用于棱镜的材料必须具备两个条件,即透过红外光的性能良好和对光的色散尽可能大。通常用氯化钠制成,因为其从 $4000\sim 700\text{cm}^{-1}$ 都是透明的,而玻璃却不然。

检测器是用一只灵敏的热电偶,把它连接到一个电流放大器,放大器可提供功率驱动机械记录装置,推动光楔系统,以移动参比光束中“100%光楔片”的位置,使样品和参比光束达到平衡,而和光楔同步的记录笔就连续记录样品的透射比(10^{-2}),此即为谱图的纵坐标。同时波数凸轮转动,单色光按不同波数顺次通过“出口狭缝”进入接收器中,而记录纸滚筒和波数凸轮同步,因此记录纸的位置反映了波数(或波长),此即为谱图的横坐标。整张谱图就是样品的红外吸收曲线。一般波数的范围为 $4000\sim 650\text{cm}^{-1}$ 。双光束光谱仪样品的吸收曲线不包含大气吸收的干扰,以保证测试的重复性。

每个有机化合物都有特定的红外吸收光谱。因此,红外光谱是定性鉴定的有力工具。根据化合物的基团和振动类型的不同,可将红外光谱按波数大小划分为8个重要区段,从这些波段出现的吸收峰,可了解振动类型,如表13-1所示:

表 13-1 波数与振动类型对应表

波 数 (cm^{-1})	振 动 类 型
3750~3000	伸缩振动 (羟基、氨基)
3300~2900	伸缩振动 (不饱和碳氢)
2400~2100	伸缩振动 (不饱和碳碳、碳氮三键)
1900~1650	伸缩振动 (羰基)
1675~1500	伸缩振动 (碳碳、碳氮双键)
1475~1300	弯曲振动 (饱和碳氢)
1000~650	伸缩振动 (不饱和碳氢)
3000~2700	伸缩振动 (饱和碳氢)

从红外光谱吸收峰的位置, 初步了解可能的基团。然后再从基团的特征频率表中的相关峰位置和数目, 与所测化合物光谱, 比较找出其相应关系, 加以确定。

三、实验仪器

Nicolet 470 FT-IR, OMNIC 采样器, 聚苯乙烯膜

四、实验步骤

1. 实验前, 先打开计算机工作站, 然后打开红外光谱仪。预热 20 分钟。
2. 采集谱图: 用鼠标点击“Collect”下拉至“Collect sample”, 单击, 之后, 按照提示采集背景谱图。背景谱图采集结束后, 插入聚苯乙烯膜, 开始采集样品谱图。结束后, 保存谱图, 以备解析。
3. 谱图解析: 由 3102、3081、3059、3025、3001、2000~1650、1600、1495、1451、757、699 诸峰可以得出: 该样品中有取代苯。也可直接调出谱图库, 进行查找, 根据给出的匹配率, 得出结果。
4. 实验结束时, 关闭工作站软件, 退出程序。关机。

五、结果处理

从测绘得到的红外光谱图上找出主要基团的特征吸收, 与标准光谱图对照, 分析鉴定试样属何种聚合物。查阅标准谱图是细致繁琐的, 必须将试样的特征吸收峰和标准谱图的特征吸收峰一一对照。标准光谱图通常有: 萨得勒标准谱图(the sadtler standard spectfa); Hummel 等著的《聚合物、树脂和添加剂的红外分析图谱集》的第一卷, 汇集了约 1500 张聚合物和树脂的谱图, 在正文中详细地介绍了它们的特征, 还有近 300 张相关的小分子化合物谱图。

六、讨论与思考题

1. 解析未知样品谱图。
2. 红外光谱分析的基本原理是什么？

【附】

附表 制备各种聚合物薄膜常用的溶剂

聚合物	适合的溶剂	聚合物	适合的溶剂
尼龙	甲酸	聚酰亚胺	甲酸
聚氯乙烯	四氢呋喃或二氯乙烷 或二甲基甲酰胺或环己酮	聚异丁烯、聚异戊二烯、聚丁二烯、聚氯丁二烯，聚苯乙烯，聚乙烯基异丁基醚	苯
三乙酸纤维素	氯仿	聚乙烯醇	甲酰胺、水
甲基纤维素	水、二氯甲烷、甲醇	聚乙烯醇缩甲醛	二氯乙烷、二氧六环
涤纶	酮类、二甲基甲酰胺	聚甲醛(热)	二甲基甲酰胺(150℃)、二甲基亚砷
聚碳酸酯	氯代烃类、二氧六环、环己酮	聚乙烯	四氢萘、二氯乙烯、热的烃类
聚氨酯	四氢呋喃、甲酸	聚丙烯腈	二甲基甲酰胺、丁内酯、二甲基亚砷
乙基纤维素	甲醇、二氯甲烷、甲酸	聚乙酸乙烯酯	芳香烃、氯代烃、丙酮、甲醇、醚类
聚丙烯	高温下：芳香烃、氯代烃、四氢萘	聚甲基丙烯酸酯类	芳香烃、二氧六环、氯代烃、酯类、酮类
聚乙烯基甲(乙)醚	苯、甲醇	聚乙烯基丁醚	脂肪烃、酮类、芳香烃
丙烯腈-丁二烯-苯乙烯共聚物	二氯甲烷	苯乙烯-丁二烯共聚物	乙酸乙酯、苯、二氯甲烷
氯乙烯-乙酸乙烯酯共聚物	二氯甲烷、环己酮	聚偏氯乙烯	二甲基亚砷、二氧六环
聚氟乙烯	在 110℃以上：环己酮、二甲基亚砷	氯化聚醚	环己酮

附注：

对样品的要求

1. 必须是纯净物，纯度 98%以上。
2. 对于未知样品，需要指导分子组成（分子式）。
3. 与其他方法（色谱法、核磁共振）联合使用效果更好。

制样方法

1. 盐片法
2. 熔融铸膜法
3. 溶液铸膜法
4. 使用 OMNIC 采样器测试样品，样品无需预处理。

实验 14 气相色谱定性方法

气相色谱分析是近几十年来迅速发展起来的一种新型分离、分析技术。它的特点是效能高、速度快、选择性好、灵敏度高、样品用量少等。现已在许多领域广泛应用。

一、实验目的

1. 学习气相色谱仪的使用方法
2. 掌握通过测定保留值来进行定性的方法

二、实验原理

保留值包括保留时间 t_R 、保留体积 V_R 、保留距离 d_R 、保留指数 I 和相对保留值 r_{is} 等等。最常用于定性的是保留时间和保留指数。

利用保留时间定性的依据是当温度、载气流速等操作条件不变时，如果未知物与纯样品的保留时间相同，就可以认为未知物与纯样品是同一物质。

保留指数 I 是一个优秀的定性方法。它的定义是：物质的保留行为用两个紧靠近它的正构烷烃来标定。人为地规定正构烷烃的保留指数为 $100Z$ ，其中， Z 为正构烷烃的碳数。物质的保留指数可按式 (14-1) 计算：

$$I_x = 100 \left[Z + n \frac{\lg t'_R(x) - \lg t'_R(Z)}{\lg t'_R(Z+N) - \lg t'_R(Z)} \right] \quad (14-1)$$

n 为两个正构烷烃碳数之差。所选用的两个正构烷烃，要使被测组份的保留值恰在中间，即 $t'_R(Z) < t'_R(x) < t'_R(Z+N)$ 。保留指数在许多文献上都有发表，很有参考价值。但在使用文献上保留指数时，一定要重现其实验条件。

三、仪器与试剂

仪器：1790 气相色谱仪

试剂：纯样：苯、甲苯、乙苯

环己烷、正己烷、正庚烷

混合样：苯+甲苯+乙苯

正己烷+正庚烷+环己烷

四、色谱条件

色谱柱：10% OV-17/奥姆沙伯白色担体 80-100 目 $\Phi 2\text{mm} \times 2\text{m}$ 不锈钢色谱柱
其它仪器条件学生自己选择。

五、基本技能训练

1. 进样操作
2. 死时间测定方法

六、实验步骤

1. 保留时间定性

分别注入纯苯、甲苯、乙苯各适量，进样同时记录各组分的保留时间。

注入混合样适量，记录各峰的保留时间，对照，定出各峰是何物质。

2. 保留指数的测定

进烷烃样品，记录保留时间，计算环己烷的保留指数

七、数据处理

1. 计算各组份对苯的相对保留值 r_{is} 。
2. 计算环己烷的保留指数，并与手册对比。

八、讨论与思考题

1. 保留时间对照的理论依据是什么？
2. 怎样减小实验误差？

实验 15 聚合物冲击实验

一、目的要求

掌握冲击试验的基本原理和试验方法，了解冲击试验的仪器构造和使用方法。

二、冲击试验的性质与种类

冲击试验是用来量度材料在高速冲击状态下的韧性和对断裂的抵抗能力。对研究塑料在经受冲击载荷时的力学行为有重要的实际意义。

测量冲击强度的方法最常用的有摆锤试验、落球式冲击试验、高速拉伸试验等。摆锤式冲击试验又分简支梁式和悬臂梁式。目前我国的国家标准规定塑料冲击试验采用简支梁式的摆锤冲击试验机。它所测得的冲击强度是指试样破断时单位面积上所消耗的能量，从刻度盘上可直接读出。

三、简支梁式摆锤冲击试验机的基本原理

摆锤从垂直位置挂于机架的扬臂上以后，此时扬角 α (见图 15.1)，摆锤便获得了一定的位能，如任其自由落下，则此位能转化为动能，而将试样冲断。冲断试样后，摆锤即以剩余能量升到某一高度，升角为 β 。在整个冲击试验过程中，按能量守恒的关系可写出式(15-1)：

$$\omega l(1 - \cos\alpha) = \omega l(1 - \cos\beta) + A + A_\alpha + A_\beta + \frac{1}{2}mv^2 \quad (15-1)$$

ω 为冲击锤之重量； l 为冲击锤之摆长； α 为冲击锤冲击前之扬角； β 为冲击锤冲断试样之后的升角； A 为冲断试样所消耗的功； A_α 为摆锤在 α 角段内克服空气阻力所消耗的功； A_β 为摆锤在 β 角段内克服阻力所耗的功； $\frac{1}{2}mv^2$ 为试样断裂飞出时所具有的动能。

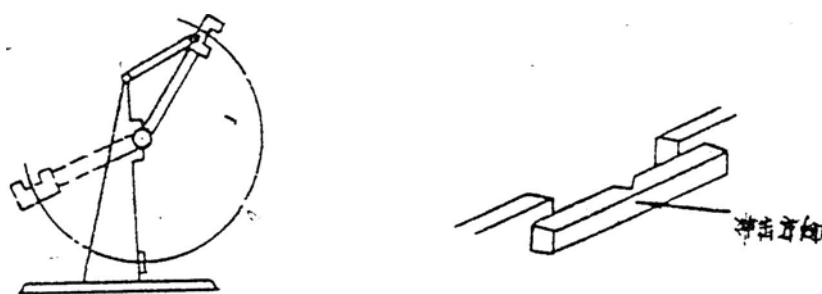


图 15.1 摆锤式冲击试验机示意图

通常对式中后面三项都可忽略不计，因此根据摆锤冲断试样后升角 β 的大小，即可绘制出读数盘，由读数盘可直接读出冲断试样时所消耗的功的数值。必须指出，一般由试验机读数盘读出的数值中包括试样断裂时的飞出功在内。对于脆性材料来说，飞出功的比例很大，应该予以考察。

四、试验方法

1. 试样尺寸

用压制、注射方法制得试样长 120×1 毫米，宽 154 ± 0.2 毫米，厚 10×0.2 毫米。注射材料可用长 55 ± 1 毫米，宽 6 ± 0.2 毫米，厚 4 ± 0.2 毫米。对缺口试样，缺口深度为试样厚度的 $1/3$ ，缺口宽度为 2 ± 0.2 毫米。每组试样不少于 5 个。

2. 试验设备

冲击试验机冲锤角度为 30° 也可用 45° 。冲击速度为 $3 \sim 5$ 米 / 秒，试验厚度小于 10 毫米的试样时，应在冲击试验机支座后面垫上厚度为 $(10-d)5 \pm 0.5$ 毫米之钢片(d 为试样厚度)。

3. 试验条件

跨度为 70 毫米(在注射小样条的条的跨度为 40 毫米)，试验温度 $25 \pm 2^\circ\text{C}$ ，相对湿度 $65 \pm 5\%$ 。

4. 试验步骤

- (1) 测量试样中间部位的宽和厚准确至 0.05 毫米，缺口试样测量缺口的剩余厚度；
- (2) 校准试验机零点，以后每作一组试验，校准一次；
- (3) 将试样宽面贴紧在支座上，进行冲击，由刻度读取冲断试样所消耗的功。试样不破断裂，或断裂不在试样三等分中间部分或缺口部分者，该试样作废，另补试样试验；
- (4) 冲击强度可用 (15-2) 式进行计算：

$$\sigma = A/bd \quad (15-2)$$

式中： σ —冲击强度 (kJ / m^2)；

A—冲断试样所消耗的功 (kJ)；

b—试样宽度 (m)；

d—试样厚度 (m)，对于缺口试样为剩余厚度。

五、讨论与思考题

1. 冲击试验得到的冲击强度数值与哪些条件有关？
2. 为什么薄的试样常比厚的试样的冲击强度高？

实验 16 聚合物材料弯曲强度的测定

一、实验目的

了解聚合物材料弯曲强度的意义和测试方法，掌握用电子拉力机测试聚合物材料弯曲性能的实验技术。

二、实验原理

弯曲是试样在弯曲应力作用下的形变行为。弯曲负载所产生的应力是压缩应力和拉伸应力的组合，其作用情况见图 16.1 所示。表征弯曲形变行为的指标有弯曲应力、弯曲强度、弯曲模量及挠度等。

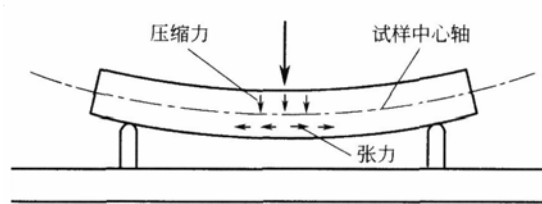


图 16.1 支梁受到力的作用而弯曲的情况

弯曲强度 σ_f ，也称挠曲强度(单位 MPa)，是试样在弯曲负荷下破裂或达到规定挠度时能承受的最大应力。挠度 s 是指试样弯曲过程中，试样跨度中心的顶面或底面偏离原始位置的距离(mm)。弯曲应变 ϵ_f 是试样跨度中心外表面上单元长度的微量变化，用无量纲的比值或百分数表示。挠度和应变的关系为： $s = \epsilon_f L^2 / 6h$ (L 为试样跨度， h 为试样厚度)。

当试样弯曲形变产生断裂时，材料的极限弯曲强度就是弯曲强度，但是，有些聚合物在发生很大的形变时也不发生破坏或断裂，这样就不能测定其极限弯曲强度，这时，通常是以试样外层纤维的最大应变达到 5% 时的应力作为弯曲屈服强度。

与拉伸试验相比，弯曲试验有以下优点。假如有一种用做梁的材料可能在弯曲时破坏，那么对于设计或确定技术特性来说，弯曲试验要比拉伸试验更适用。制备没有残余应变的弯曲试样是比较容易的，但在拉伸试样中试样的校直就比较困难。弯曲试验的另一优点是在小应变下，实际的形变测量大得足以精确进行。

一般工程塑料、电绝缘材料和层压材料的弯曲性能测定可采用三点弯曲或四点弯曲两种方法。

三点弯曲是在一个简支梁上施加一个中心负载。一个横截面为矩形的棒放置在两个规定距离的支座上，利用位于中间的压头来加载，见图 16.2 所示。本试验用三点弯曲进行。

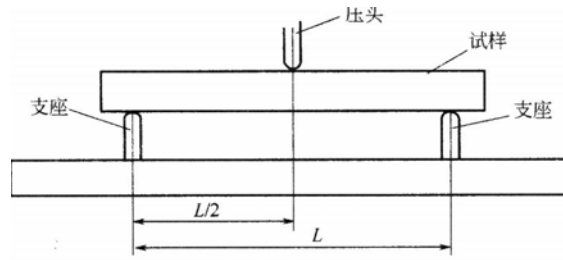


图 16.2 三点弯曲试验示意图

四点弯曲方法如图 16.3 所示。四点弯曲体系有两个负载点，负载点的距离及其各负载点与其邻近支座的距离相等，为跨距的 $1/3$ 。

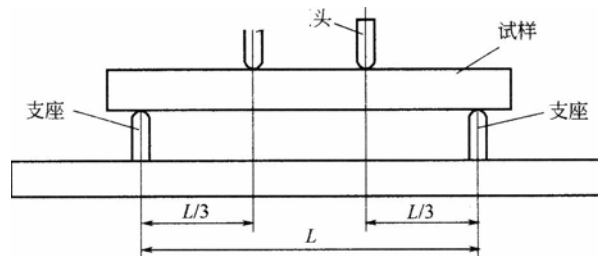


图 16.3 四点弯曲试验示意图

弯曲性能测试有以下主要影响因素：

- ①试样尺寸和加工。试样的厚度和宽度都与弯曲强度和挠度有关。
- ②加载压头半径和支座表面半径。如果加载压头半径很小，对试样容易引起较大的剪切力而影响弯曲强度。支座表面半径会影响试样跨度的准确性。
- ③应变速率。弯曲强度与应变速率有关，应变速率较低时，其弯曲强度也偏低。
- ④试验跨度。当跨厚比增大时，各种材料均显示剪切力的降低，可见用增大跨厚比可减少剪切应力，使三点弯曲试验更接近纯弯曲。
- ⑤温度。就同一种材料来说，屈服强度受温度的影响比脆性强度的大。

现行塑料弯曲性能试验的国家标准为 GB / T 9341—2000。

三、实验仪器

采用广州试验仪器厂产 LWK-5 型微电子拉力机。最大测量负荷 500kg，速度 $1\sim 500\text{mm}/\text{min}$ ，试验类型有拉伸、压缩、弯曲、剪切等。

四、试样制备

弯曲试验所用试样是矩形截面的棒，可从板材、片材上切割，或由模塑加工制备。一般是把试样模压成所需尺寸。常用试样尺寸为 (GB / T 9341—1800) 长度 80mm；宽度 10mm；厚度 4mm。每组

试样应不少于 5 个。试验前，需对试样的外观进行检查，试样应表面平整，无气泡、裂纹、分层和机械损伤等缺陷。另外，在测试前应将试样在测试环境中放置一定时间，使试样与测试环境达到平衡。

取合格的试样进行编号，在试样中间的 1 / 3 跨度内任意取 3 点测量试样的宽度和厚度，取算术平均值。试样尺寸小于或等于 10mm 的，精确到 0.02mm 大于 10mm 的，精确到 0.05mm。

五、试验步骤

1. 接通试验机电源，预热 30min。
2. 安装三点弯曲支座，调整跨度 L 及加载压头位置，准确至 0.5%。加载压头位于支座中间。跨度 L 可按试样厚度 h 换算而得： $L=(16\pm 1)h$ 。在试样跨度中心下方安装微位移计，测量试验过程的挠度。
3. 选择试验方式(弯曲方式)和试验速度(使试样应变速率接近 1% / min)。本实验试样为 PP 样条，采用 10mm / min 的速度)。
4. 分别调整试验机负荷测量单元和变形测量单元的零点，然后分别调整两个单元的标定值旋钮，使显示的标定值与原机标定值一致。
5. 将样品放置在样品支座上，按下降键将压头调整至刚好与试样接触。
6. 选择 XY 记录仪的量程，调整零点，打下记录笔。
7. 按仪器的下降(弯曲)键开始试验，接着按最大值保持键以记录最大弯曲力，同时在记录仪上画出弯曲负荷-挠度曲线。
8. 试样断裂时，试验自动停止(如不能自动停止，则按下停止键)，从应力负荷 / 变形显示窗口读最大负荷值。
9. 按上升键使动横梁回复原来位置。重复试验步骤 5~8，测量下一个试样。

注意事项：

- ①安装压头和支座时，必须注意保持压头和支座的圆柱面轴线相平行；
- ②单纯测定弯曲强度时，可以除去试样下方的微位移计，以免试样大的弯曲损伤微位移计。

六、数据处理

1. 计算弯曲强度 σ_f 可由 (16-1) 式计算：

$$\sigma_f = 3PL / (2bh^2) \text{ (MPa)} \quad (16-1)$$

式中：P——载荷，N；

L——跨距，mm；

b——试样的宽度，mm；

h——试样的厚度，mm。

2. 计算弯曲强度算术平均值、标准偏差和离散系数

弯曲强度算术平均值、标准偏差和离散系数可分别由（16-2）、（16-3）、（16-4）计算：

$$\text{算术平均值: } \quad X = \sum \frac{X_i}{n} \quad (16-2)$$

$$\text{标准偏差: } \quad S = \sqrt{\sum \frac{(X_i - X)^2}{n-1}} \quad (16-3)$$

$$\text{离散系数: } \quad C_v = \frac{S}{X}$$

式中： X_i ——每个试样的测试值

n ——试样数。

七、讨论与思考题

1. 试样的尺寸对测试结果有何影响？
2. 三点弯曲与四点弯曲试验对材料的破坏有什么不同？
3. 在弯曲实验中，如何测定和计算弯曲模量？

实验 17 塑料硬度的测定

硬度是指材料抵抗其他较硬物体压入其表面的能力。硬度值的大小是表示材料软硬程度的有条件性的定量反映，它不是一个单纯的确定的物理量，而是由材料的弹性、塑性、韧性等一系列力学性能组成的综合性指标。硬度值的大小不仅取决于该材料的本身，也取决于测量条件和测量方法。硬度试验的主要目的是测量该材料的适用性，并通过硬度的测量间接了解该材料的其他力学性能，例如磨耗性能、拉伸性能、固化程度等。因此，硬度检测在生产过程中对监控产品质量和完善工艺条件等方面有非常重要的作用。硬度试验因其具有测量迅速、经济、简便且不破坏试样的特点，是工程材料应用极为普遍的方法，也是检测塑料性能最容易的一种方法。本实验采用球压痕硬度计测量塑料硬度。

一、实验目的

1. 了解球压痕硬度测试的基本原理。
2. 掌握球压痕硬度测试塑料的方法。

二、实验原理

以规定直径的钢球在试验负荷的作用下垂直压入试样表面，经过一规定的时间后，以单位压痕面积所承受的压力表示该试样的硬度，用 kg/mm^2 表示。对于较硬的塑料硬度值，测定多数使用此方法。

三、实验设备及材料

实验设备：P·HBI-98A 型塑料球压痕硬度计（球压痕硬度计主要由机架、压头、加荷装置、压痕深度指示仪表和计时装置组成）。

材料：硬质 PVC 板，PP 板，PS 板，ABS 板。

四、实验步骤

1. 试样准备。试样的大小应保证每个测点的中心与试样边缘的距离不小于 7mm，各测点中心之间的距离也不小于 25mm，试样厚度应不小于 4mm。按照 50mm×50mm×4mm 尺寸切割制试样。试样应在室温下（ 20 ± 0.5 ）℃左右放置 16h 以上。根据试样预估的硬度值和试样的厚度选择钢球的直径和负荷大小，选择范围见表 17-1。

表 17-1 试样的选择范围

硬度范围 (HB)	试样厚度/mm	负荷与钢球直径 D 的关系	钢球直径 D/mm	负荷/kg
>36	>6	$P=10D^2$	5.0	250
20~36	>6	$P=5D^2$	5.0	125
8~20	>10	$P=2.5D^2$	10.0	250
8~20	6~10	$P=2.5D^2$	5.0	62.5

试样应厚度均匀、表面光滑、平整、无气泡、无机械及杂质等。

2. 试验前应定期测定各级负荷下机架的变形量,测定时应卸下压头,升起工作台,使其与主轴接触;加上初负荷,调节深度指示仪表为零;然后在加上试验负荷,直接由压痕深度指示仪表中读取相应负荷下机架的变形量 h_2 。应反复测量几次,直到数值稳定。

3. 应根据试样材料的软硬程度选择适宜的试验负荷,装上压头。使压痕深度必须在 0.15~0.35mm 的范围内,若压痕深度超过此范围,则应改变试验负荷,使之达到规定的压痕深度范围。因为只有在规定范围内的压痕深度与施加的负荷之间才有较好的线性关系。

4. 选 60s 为保压时间,通电 15min 开始实验。

5. 把试样放在工作台上,使测试表面与加荷方向垂直接触,无冲击加上初负荷之后,将手轮转 3 圈,使表针指零。

6. 搬动加荷手柄,由右向左,在 5~8s 内将所选择的试验负荷平稳地施加到试样上,这时加荷指示灯灭,保压指示灯亮;保持负荷 60s 后保压指示灯灭,退回加荷手柄,这时刻指针即为压痕深度 h 值。

7. 每组试样不少于两块,测量点不少于 5 个。

五、实验数据计算

1. 球压痕硬度可由公式 (17-1) 计算:

$$H=P/(\pi \cdot D \cdot h) \tag{17-1}$$

式中, H 为球压痕布氏硬度, kg/mm^2 ; P 为试验负荷, kg; D 为钢球直径, mm; h 为校正机架变形后的压痕深度, mm。

2. 将实验数据填入表 17-2。

表 17-2 实验测得数据表

序号	钢球直径 D/mm	压痕深度 h/mm	硬度H/kg/mm ²
1	5		
2	5		
3	5		

六、实验注意事项

1. 相邻的两个压痕中心距离不小于 25mm。
2. 压痕深度必须在 0.15~0.35mm 的范围内，否则无效。
3. 取下试样前一定要先将加荷手柄由左向右推回零处，再逆时针转动升降台手轮，取下试样。如果操作不党则会损坏设备。因此，在操作时应多加注意。

七、讨论与思考题

1. 实验环境对测试结果有何影响？为什么？
2. 硬度实验中为何对操作时间要求严格？

实验 18 聚合物维卡软化点温度的测定

一、目的要求

通过实际测定聚合物维卡软化点温度，掌握维卡软化点温度测试仪的使用和聚合物维卡软化点温度的测试方法。

二、实验原理

维卡软化温度是指一个试样被置于所规定的试验条件时，在一定负载情况下，一个一定规格的针穿透试样 1 毫米深度的温度。

这个方法适用于许多热塑性材料，并且此方法可以用于鉴别比较热塑性材料软化的性质。

三、仪器构造

维卡软化点测试仪主要由浴槽和自动控温系统两大部分组成。浴槽内又装有导热液体，试样支架、砝码、指示器、温度计等构件，分述如下：

1. 传热液体：一般常用的矿物油有硅油、甘油、乙烯甘醇等，最常用的是硅油。本仪器所用传热液体为硅油，它的绝缘性能好，室温下粘度较低，并使试样在升温时不受影响。
2. 试样支架：支架是由支撑架、负载、指示器、穿透针杆等组成。都是用同样膨胀系数的材料制成。
3. 穿透针：常用的针有两种，一种是直径为 $1_{-0.02}^{+0.05}$ 毫米的没有毛边的圆形平头针，另一种为正方形平头针。
4. 砝码和指示器：常用的砝码有两种，1 公斤和 5 公斤；指示器为一百分表，精确度可达 0.02 毫米。
5. 温度计：温度计测温精确度在 $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ 范围，使用范围为 $0\sim 360^{\circ}\text{C}$ 。
6. 等速升温控制器：采用铂电阻作感温元件与可变电压器、恒速电动机构组成。作定时等速运动来调整可变电位器之阻值，以达到自动平衡(可变电位器调整阻值的变化即为铂电阻受热后之阻值)，电桥输出信号经晶体管放大输出脉冲，推动可控管工作，并控制了加热器工作时间，以每小时 $50\pm 3^{\circ}\text{C}$ 的速度来提高浴槽温度。
7. 加热器：一个 1000W 功率的电炉丝直接加热传热液体。

四、试样与测试条件

1. 试样：所用的每种材料的试样最少要有 2 个。一般试样的厚度必须大于 3 毫米，面积必须大于 10×10 毫米²

2. 测试条件：保持连续的升温速度为 $50 \pm 3^\circ\text{C}/\text{小时}$ ，并且穿透针必须垂直地压入试样，压入载荷为 5 公斤或 1 公斤。

五、实验步骤

1. 选试样：试样可注射成型。成型后选取厚度大于 3 毫米，宽和长大于 10×10 毫米²的试样，并要求试样表面平整，没有裂纹，没有气泡。

2. 放试样：在室温下将试样支架从浴槽内提出固定在浴槽上面，把试样放在针下近似中心的位置，使针近似地靠近试样表面(没有加载)，并固定好，然后将温度计插入支架上两侧孔内，使其球部尽量地接近试样并固定好。

3. 调整指示器：试样装好后就将试样支架轻轻地放进浴槽，然后加载调整穿透指示器到零位。

4. 加热液体：指示器调整零位后开始升温，调整自动控温部分升温速度为 $50^\circ\text{C} / \text{小时}$ (参看附录中仪器的操作规程)，同时开启搅拌，保持槽内温度均匀。

5. 记录：必须仔细地作穿透 1 毫米深度时的温度记录。由于当穿透 1 毫米后，从这点开始穿透深度会迅速地增加，因此要求每升 5°C 读和报一次穿透深度，直到穿透 0.4 毫米后在每间隔 50°C 记一次。

6. 试验结果所得两个试样间的差别高于 2°C ，则必须做重复试验。

六、数据处理

1. 将实验记录在 (18-1) 表中。

表 18-1 实验记录数据表

项目	试件尺寸(毫米)			穿透针下降 / mm时的温度 ($^\circ\text{C}$)	备注
	a	b	c		
试样					

注：a、b、c 分别表示试件的长、宽、高。

2. 结果分析

七、讨论与思考题

1. 影响维卡软化点温度测试结果的因素有哪些？
2. 升温速度过快或过慢对试验结果有何影响，为什么？