

中华人民共和国教育部 主管  
上海交通大学 主办

CN 31-1707/T  
ISSN 1006-7167  
CODEN: SYYTaz

# 实验室研究与探索

Shiyanshi Yanjiu yu Tansuo  
Research and Exploration in Laboratory



全国高校实验室工作研究会会刊  
中文核心期刊  
中国科技核心期刊  
RCCSE中国权威学术期刊

2020/10

第39卷 第10期  
Vol. 39 No.10

总第296期 (月刊)  
Serial No. 296 (Monthly)

ISSN 1006-7167



9 771006 716202





# 实验研究与探索 (月刊)

SHIYANSHI YANJIU YU TANSUO

第39卷第10期总第296期

1982年创刊

2020年10月出版

期刊基本参数:CN31-1707/T\*1982\*m\*A4\*308\*zh\*P\*23.50\*7150\*70\*2020-10

## 目次

### · 实验技术 ·

一种空间目标宽带成像雷达回波模拟与图像处理平台 .....	王俊岭,纪经明,倪贤明	1
冠醚对苯乙烯无皂乳液聚合反应机理的影响 .....	曲剑波,张晓云,李静	5
不同赋存深度大理岩应力波传播规律及动态弹性参数 .....	郑良娟,张朝鹏,彭媛,等	9
Ce掺杂ZnO的制备及光催化性能综合实验设计 .....	徐敏虹,潘国祥,童艳花,等	14
光致变形复合材料的构筑及其性能表征实验 .....	邓莎,祁晓东,何超	17
冰的熔解热实验中新型测温方法 .....	冯家齐,何烁,林锐,等	21
一种三相电动机的两相交变变频电路及其控制方法 .....	马汇海,汪超,孟彦京	25
原油黏度对潜油永磁直驱电泵效率的影响 .....	崔俊国,邹文强,高翔,等	29
柔性多位点触觉传感器用于动态感知成像 .....	兰勇,宿杰,李强,等	33
一种融合时间和剩余能量激发的分簇优化算法 .....	姜华,林加华,周万府	37
基于Artix-7 FPGA的三级存储体系设计与实现实验 .....	秦国锋,秦家豪,邹剑煌,等	45
基于改进YOLO的公路路网视频并发检测及应用 .....	成玉荣,陈湘军,杜晨浩,等	50
复合材料 $g-C_3N_4/Bi_2SiO_5$ 的制备及其光催化降解性能综合实验设计 .....	牛志成,陈克来,杨乐敏,等	56
材料亚表面结构光热辐射检测实验 .....	刘恒彪,李爱珠,尹国应	60

### · 仪器设备研制与开发 ·

基于激光超声的金属板带晶粒尺寸检测实验平台 .....	孙友昭,杨荃,王晓晨,等	65
一种基于CC2630水质监测系统的设计与实现 .....	顾涵,潘启勇,张惠国,等	68
基于半球摄影法的便携式叶面积指数测量仪研制 .....	陈云坪,袁子炜,马存诗,等	73
基于STM32的模拟电磁曲射炮实验系统设计 .....	张清勇,吕笑天,李志勇,等	77
车轮不圆度测试数据无线传输系统设计 .....	杨姝,方智,罗佳	83
基于深度学习的行驶视觉图像分割模型设计 .....	叶绿,朱家懿,段婷	88
基于“双耳效应”和反射锥的超声波定位系统 .....	邵明启,郭嵘,郑明	93

### · 专题研讨——虚拟仿真实验(86) ·

双馈感应发电机并网模糊控制系统仿真实验设计 .....	刁统山,张迎春,严志国	97
龙虾眼型X射线成像系统设计与仿真研究 .....	王新,徐捷,杨宝璐,等	101
Matlab环境中机构运动仿真分析的不同方法比较 .....	张洪双,安翠翠,王义斌,等	106
线电荷与带有垂直低脊的接地导体薄圆筒所形成的电场及其数值模拟(下) .....	殷勇,王福谦	110

### · 计算机技术应用 ·

基于局部加权长短时记忆网络的无人机DOA估计算法 .....	郭业才,施钰妮	113
基于H3C Cloud Lab的企业网络设计与仿真 .....	邱鹏,霍瑛,蒋悦	118
基于Packet Tracer数据链路层帧结构仿真实现 .....	唐灯平	126
基于进化计算的碎纸拼接重构算法研究 .....	党悦晨,李婉,周强	131

### · 实验教学示范中心建设 ·

创新性基础化学实验课程建设及其在疫情下的在线教学应用 .....	宿艳,姜文凤,杜欣,等	137
分析化学实验室精细化管理探索与实践 .....	李娇,金谷,姚奇志,等	141
基于学科交叉融合的复合型创新人才协同培养模式探索 .....	吴贤文,向廷鸿,李佑稷,等	146

### · 国外实验室 ·

悉尼大学生化类实验室安全管理调研与思考 .....	汪芳,叶恭银	149
---------------------------	--------	-----

### · 实验教学与创新 ·

非常规天然气含量解析法实验教学实践 .....	韩双彪,张金川	152
大数据时代下刑事科学技术专业信息类课程建设探讨——以中国人民公安大学为例 .....	唐云祁	155
医学机能学实验室实验教学模式的改革与探索 .....	李宁,李红芳,简美玲,等	159
中外合作办学背景下计算机系统与网络导论课程实验教学实践 .....	吴超,孙闰红,邓健	164
翻转课堂模式在乙酰苯胺重结晶有机实验教学中实践 .....	徐石海	168
基于虚拟现实技术的天文教学实践初探 .....	张文昭,高子豪,高健,等	172
控制学科“人工智能”研究生课程教学改革与实践 .....	谢海斌,尹栋,庄东晔,等	177
微分方程教学中强化建模思想的探讨——2016年全国大学生数学建模竞赛题启示 .....	王利东,张运杰,高红	181
热塑性硫化橡胶形状记忆材料综合实验教学改革 .....	王兆波,于寿山,董红周,等	185
基于质量工程统计技术的课程评价方法探索 .....	钱晓耀,孙长敬,刘辉	190
三维建模实践课程的教学和考核评估模式改革探索 .....	张培艳,李翠超,黄蓓蓓,等	195
高校本科生必修科研项目训练课的改革探索 .....	李猛,孙统,马在勇,等	198
远程协助虚拟仿真技术在土木类实践教学中的探索 .....	袁振霞,边亚东,赵毅,等	203
基于新工科理念的高分子材料专业综合教学实验探索 .....	方正军,易兵,李靖,等	208



组织学模式图绘画视频的制作及其应用 .....	蓝永洪, 齐亚灵, 崔志刚, 等	212
能力导向的电气信息类专业大学生创新创业平台建设和实践 .....	赵延明, 吴亮红, 曾照福, 等	215
创新创业与专业教育有机融合的应用型人才培养模式改革与实践 .....	周步昆, 耿颖	220
基于慧鱼模型的线上线下混合式实验教学模式探索 .....	刘津彬, 刘春宝, 赵大威, 等	224
在实验中设置陷阱提高工程实践能力 .....	朱武, 薛亮, 李高芳, 等	228

#### · 实验室建设与科学管理 ·

四方共建市级新能源公共实训平台的建设与管理 .....	胡峰, 滕道祥, 孙言, 等	231
高校实验室建设项目绩效评价体系构建和实践 .....	马如停, 徐石海, 李琰	235
自制实验装置 强化实验队伍建设 .....	林海旦, 林先茂, 樊冰, 等	239
建设一流实验技术队伍 构建一流科研平台 .....	戈双文	243
智能信息技术在高校疫情防控关键环节中的应用 .....	王旭	248
高校设备管理信息化风险防控体系的构建 .....	谢梅	254
高校内涵式发展背景下实验技术队伍建设路径思考 .....	徐圆圆, 曹蓓, 曹旭	258
新背景下军队院校实验室建设与管理探究 .....	张杨, 姚琦, 王鹏飞, 等	261

#### · 文经管类实验室 ·

跨境电商教学研究的热点分析——基于共词矩阵的知识图谱 .....	白延虎, 罗建利, 徐正, 等	264
----------------------------------	-----------------	-----

#### · 仪器设备供应与管理 ·

疫情防控下高校科技资源共享策略探究 .....	王斌楠, 林晖平, 黄富贵	271
高校仪器共享服务的人文化管理模式探讨与实践 .....	李娟, 蓝秀健, 张选红, 等	274
基于三重四级杆液质联用的大型仪器管理方法探讨 .....	王雪颖, 焦玉佩, 许丽娜, 等	277
大数据时代高校国有资产全生命周期信息化建设探析 .....	张海峰, 郑旭, 刘一, 等	281

#### · 实验室环境与安全 ·

基于事故模型与过程的高校实验室安全管理 .....	阳富强, 李伟	285
化学实验安全知识教学模式初探 .....	秦川丽, 范乃英, 吴华洋, 等	291
开放型科研实验室危险化学品安全精准管理探索 .....	谭斌, 林海燕	294
高校实验室安全信息化建设探究 .....	卫飞飞, 石琦, 钟冲, 等	301
高校实验室安全巡查系统的开发与应用 .....	虞俊超, 王满意, 张锐, 等	304

### 本期导读

- ▲北京理工大学王俊岭等搭建了一种空间目标带宽成像雷达模拟与处理实验教学平台,与实际空间目标探测成像雷达保持了较高的一致性,可在降低实验平台搭建成本的基础上最大限度地让学生能够与实际雷达一致地成像处理,有参考价值。
- ▲西南交通大学殷勇等通过应用保角变换和导体圆柱面镜像法,讨论了线电荷与带有多条垂直低脊的接地导体薄圆筒所形成的电场,并利用 Matlab 对其场分布进行数值模拟,绘制出电场线和等势线(面)图,可供有关人员一读。
- ▲上海电力大学朱武等为了提高学生的工程实践能力,在实验中设置一些干扰因素,增加学生实验过程的排错纠错的实践机会,该教学方法可以一试。
- ▲大连理工大学宿艳等依托课程资源,实施教学和科研、线上与线下融合的智慧教学模式,利用移动端教学管理平台为学生提供精品学习资源,疫情期间实现“听课不停教,停课不停学”。
- ▲华侨大学王彬楠等提出在疫情期间高新科技资源应以师生健康安全为重,重防控,及时调整策略,创新共享体制机制,疏通障碍,克服困难,实现优质科技资源绿色开放共享。

### 《实验室研究与探索》第十届编辑委员会名单

#### 高级顾问

中国科学院院士 陈竺 陈洪渊 邓子新 冯端 潘际奎 杨叔子 朱清时  
中国工程院院士 杜善义 林忠钦 刘经南 翁史烈 谢和平 朱静 左铁镭

#### 主 任

张安胜

#### 副 主 任

敖天其 方东红 冯建跃 符宁平 华子春 黄开胜 蒋兴浩 雷敬炎 李淑云 刘克新 吕厚均 罗正祥 毛继泽  
彭华松 荣昶 孙小平 唐毅谦 夏有为 熊宏齐 薛照明 杨波 杨佩青 张爱林 张云怀 周伯明 朱德建

#### 编 委

朱臻 陈澜 陈立君 陈灵泉 陈启辉 陈小鸿 陈心浩 陈艺锋 陈永清 陈超 池春荣 楚丹琪 崔宏伟  
曹伟元 董君枫 方建慧 方岩雄 丰平 冯建刚 冯秀芳 傅志刚 高欣 官守新 郭均纺 郭应时 韩英霞  
邓明森 何都良 何佳 何一萍 贺占魁 胡惠君 胡艳军 黄春麟 黄富贵 黄岚 蒋卫民 金仁东 荆莹  
康传红 康智勇 李爱国 李风 李格升 李靖 李莉 李明伦 李声威 李胜群 李天书 李文涛 李文中  
李震彪 梁齐 廖梦园 林松盛 刘锋 刘福奇 刘景钱 刘庆刚 刘拥军 刘幽燕 刘志军 卢燕 罗茂斌  
罗一帆 雒海东 毛奇凤 茅靖峰 孟庆繁 牟献友 农春仕 沙锋 施芝元 史天贵 宋玉梅 宋元 孙胜春  
孙文磊 孙学军 唐俊峰 汪进前 汪力君 汪盛科 王广飞 王海东 王建 王健 熊龙彪 徐展 徐美勇  
王勤 王树彬 王松良 乌兰 吴国新 吴宏翔 吴卫 吴祝武 伍飞军 向坚持 熊龙彪 徐展 徐美勇  
徐石海 徐宏山 徐秀吉 徐风彪 张宝良 张彪 张海峰 张洪清 张林 张维平 张晚刚 张义庭 赵建新  
尹自斌 袁洪学 袁若 赵永泉 赵咏芳 赵长明 曾莉 钟冲 钟华勇 钟文辉 周立超 朱运利 朱再明  
赵静 赵明 赵鹏 赵永泉 赵咏芳 赵长明 曾莉 钟冲 钟华勇 钟文辉 周立超 朱运利 朱再明  
庄志洪 邹煜良 郝云忱 胡今鸿 姜文凤 李五一 林建军 刘宏 刘平 马传峰 钱昌吉 王晓华 王益民  
特邀编委 葛志煜 管国华 伍扬 严薇 杨旭升 殷曦敏 张社荣 张勇 周骥平

#### 特 邀 编 委

吴兵 吴炎 伍扬 严薇 杨旭升 殷曦敏 张社荣 张勇 周骥平

#### 编 辑 部

名誉主编 夏有为 主 编 蒋兴浩 副主编 彭华松 周伯明 编 辑 陶世弟 秦富生 秦杏荣  
编 务 孙龙 刘佃来 杨帆 本期责任编辑 秦富生 终 审 蒋兴浩



# 热塑性硫化胶形状记忆材料综合实验教学改革

王兆波, 于寿山, 董红周, 杜芳林, 王宝祥  
(青岛科技大学材料科学与工程学院, 山东 青岛 266042)

**摘要:** 通过热塑性硫化胶的形状记忆材料综合实验, 让大学生系统地实践材料合成与制备—材料成形加工—材料结构表征—材料性能测试, 掌握橡胶的配合与混炼、动态硫化、热塑性硫化胶的模压成形、多相体系微观结构的表征、形状记忆材料的性能表征等基本实验技能, 提高大学生运用理论知识解决实践问题的能力。该综合实验课的教学内容对于学生深入理解橡胶混炼、橡塑体系的动态硫化、多相体系微观结构的观察、力学性能及热致型形状记忆材料的性能表征具有重要意义, 并且有助于大学生的实践能力及创新能力的养成。

**关键词:** 热塑性硫化胶; 形状记忆材料; 综合实验; 实验教学; 创新能力

中图分类号: G 642.0

文献标志码: A

文章编号: 1006-7167(2020)10-0185-05



## Reform on Comprehensive Experimental Teaching of Shape Memory Materials Based on Novel Thermoplastic Vulcanizates

WANG Zhaobo, YU Shoushan, DONG Hongzhou, DU Fanglin, WANG Baoxiang  
(College of Materials Science and Engineering, Qingdao University of Science and Technology,  
Qingdao 266042, Shandong, China)

**Abstract:** The undergraduates could practice the materials synthesis and preparation, materials processing, microstructure characterization and the properties testing of materials by the comprehensive experiment of shape memory materials based on novel thermoplastic vulcanizates. Moreover, the undergraduates could master the basic experimental skills of the rubber composition formula, the mixing of rubber preblend, the dynamic vulcanization method, the molding of thermoplastic vulcanizate, the microstructure characterization of the multiphase blends, and the characterization of the shape memory behavior of the prepared thermoplastic vulcanizates. The comprehensive experimental teaching could stimulate the ability to apply the theoretical knowledge to solve the practical problems. The experimental course is of great significance for the undergraduates to in-depth understand the mixing principle of rubber preblend, the dynamic vulcanization of thermoplastic resin and rubber preblend, the characterization of microstructures of the prepared blends, the mechanical property and the shape memory behavior of the prepared thermoplastic vulcanizates; furthermore, it could help the undergraduates to cultivate the practical and innovative ability.

**Key words:** thermoplastic vulcanizate; shape memory materials; comprehensive experiment; experimental teaching; innovating ability

收稿日期: 2019-10-15

基金项目: 山东省本科教改面上项目(M2018X133); 青岛科技大学教学改革重点项目(2018ZD01); 山东省研究生导师指导能力提升项目(SDYY17044, SDYY17047); 山东省研究生教育创新计划资助项目(SDYY16014)

作者简介: 王兆波(1971-), 男, 山东龙口人, 博士, 教授, 主要从事实验教学改革以及热塑性硫化橡胶、功能高分子材料理论和应用研究。

Tel.: 0532-84022772; E-mail: 453362110@qq.com

## 0 引言

高校作为培养高水平人才的阵地, 应当肩负起培养大学生创新能力的重任<sup>[1]</sup>。2015年教育部印发的《关于进一步加强高等学校本科教学工作的若干意

见》中要求切实提高学生实践能力<sup>[2]</sup>。实验教学是提高学生实践能力、培养其敏锐思维的重要途径,而研究性综合性实验更是在培养学生的综合能力方面发挥重要的作用;为了让学生巩固理论知识,建立现代科学实验的基本思维方式,培养学生科研探索能力,应强化研究性综合性实验的开设<sup>[3]</sup>。实验教学也是实施全面科学教育的最有效的形式<sup>[4-7]</sup>,综合实验可以促进大学生加深对课堂所学理论知识的理解,培养其主动思考和解决问题的能力,并提升实验教学的效果与质量<sup>[8]</sup>。

Gessler 等<sup>[9]</sup>最早发明了动态硫化法,并制备出第一代热塑性硫化胶,此后 Fisher<sup>[10]</sup>、Coran 等<sup>[11]</sup>对该技术进行了完善和发展。上世纪 80 年代初,Exxon-Mobil 公司率先实现了热塑性硫化胶的商业化生产,并在汽车内饰、建筑行业、电线电缆、医疗器械等领域获得广泛的应用;近年来,国内也开始了热塑性硫化胶的商业化生产。我校是国家橡胶工业人才培养的摇篮,被赞誉为“中国橡胶工业的黄埔”;为了践行《中共中央国务院关于深化改革,全面推进素质教育的决定》中提到的“加强课程的综合性和实践性,重视实验课教学,培养学生实际操作能力”的指示精神,有必要对现有实验项目进行整合,以综合实验的方式开展实验教学,这对大学生创新能力的培养及提升,具有重要意义。结合学院实际情况,笔者对热塑性硫化胶的形状记忆材料综合实验教学改革进行了探索。

## 1 热塑性硫化胶形状记忆材料综合实验设计

热塑性硫化胶的形状记忆综合实验中包含了橡胶的配合与混炼、热塑性塑料和混炼胶的动态硫化、产物的模压成形、力学性能测试及形状记忆性能的表征、样品微观结构的观察;在以上环节中,动态硫化最为关键,它伴随着复杂的物理和化学变化。图 1 中显示了基于热塑性硫化胶的形状记忆材料综合实验的技术路线图,涉及了热塑性塑料、橡胶、添加剂、配方设计、橡胶的混炼、动态硫化、模压成形、电子显微技术、材料性能学等多个重要的知识点。通过这个综合性实验教学,可有效强化学生对学科知识的综合应用的能力,并深入掌握高分子材料加工工艺及功能材料的理

论知识。

## 2 实验原料及实验设备

实验所用材料包括:乙烯-醋酸乙烯共聚物(EVA),其中醋酸乙烯含量(重量百分数)为 12.0%,MFI 为 0.35 g/10 min(190 °C, 2.16 kg);丁腈橡胶(NBR),牌号 N41,丙烯腈质量分数为 29%, $ML_{1+4}$ (100 °C) = 78;硫化剂过氧化二异丙苯(DCP);活化剂三烯丙基异腈脲酸酯(TAIC);防老剂 D;增强体甲基丙烯酸锌(ZDMA);甲苯。

混炼胶的配方(质量份):NBR 100 phr; DCP 2 phr; TAIC 3 phr; 防老剂 D 1 phr; ZDMA 变量。

实验设备包括:电子秤,开放式双辊炼胶机;转矩流变仪;自制形状记忆拉伸夹具;伺服控制拉力试验机;数显式千分尺;橡胶厚度计;数字式热电偶温度计;真空干燥箱;场发射扫描电子显微镜。

## 3 实验预习及实验实施

(1) 学生在进入专业综合实验室之前,首先要查阅热塑性硫化胶资料,要对该新型热塑性弹性体的结构和性能有所认识;同时复习高分子材料加工工艺课堂教学的理论知识,熟悉开放式炼胶机、平板硫化机、转矩流变仪、伺服控制拉力试验机的结构、原理,以及混炼、动态硫化、模压工艺的基本知识,熟悉橡胶的配方设计的原则及形状记忆高分子材料的形状固定率和形变回复率的量化表征方法。

(2) 熟悉综合实验所涉及的树脂、橡胶及添加剂的种类及作用,混炼和动态硫化操作的基本要领和注意事项。

(3) 学生分组,进行实验操作。按配方称取原料;首先,在室温条件下将 NBR 橡胶及配合剂在开炼机上进行混炼,获得混炼胶;将 EVA 树脂在 165 °C 的转矩流变仪内进行充分塑化,之后加入 NBR 混炼胶,动态硫化后排料;在 165 °C 平板硫化机上对产物预热 5 min,排气 3 次,保压 8 min,取出后进行冷压,取出样品;裁片制标准测试样条,进行力学性能测试;将模压后样品在 90 °C 甲苯中刻蚀 120 min,取出真空干燥,在其表面真空喷铂,采用扫描电子显微镜观察其表面微观结构。

(4) 热塑性硫化胶形状记忆的性能测试。高分子形状记忆材料的形状记忆效应的表征方法是在文献[12]基础上确立的,具体如下:①在哑铃型热塑性硫化胶样条的中心平行部位标出两条 20 mm 距离的标线( $L_0$ );②已被标记的哑铃型试样于恒温水浴中预热 10 min;③利用夹具拉伸试样使标记的 20 mm 伸长至 40 mm;④维持负载,迅速将试样放入 1 °C 冰水中冷却定形,标记的距离记录为  $L_1$ ;⑤卸载,将试样于室温静



图1 热塑性硫化胶形状记忆材料实验教学的技术路线图

置 24 h 标记距离记录为  $L_2$ ; ⑥ 试样被重新放入到恒温水浴中 5 min 后, 标记距离记录为  $L_3$ 。被测试样品的形状固定率(SF)和形状回复率(SR)根据公式:

$$SF = (L_2 - L_0) / (L_1 - L_0) \times 100\% \quad (1)$$

$$SR = (L_2 - L_3) / (L_2 - L_0) \times 100\% \quad (2)$$

测量 5 个样品取其平均值; 测量形状记忆的过程如图 2 所示。

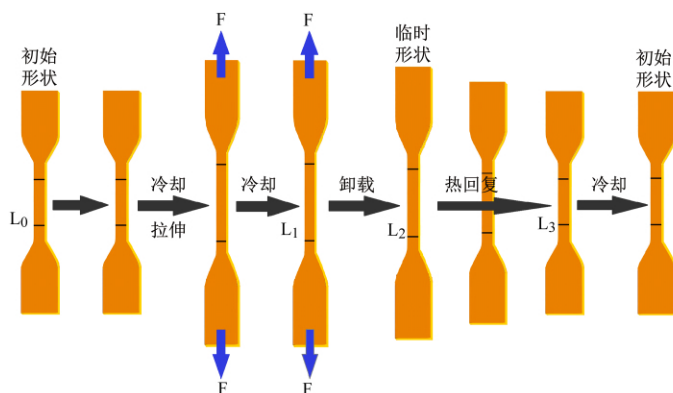


图 2 形状记忆性能的测量过程示意图

(5) 实验课堂采用教师讲解、学生提问的师生互动方式, 引导学生主动思考并掌握试验中所用的每种原料的作用、每个操作的要领、回顾该实验涉及的所有知识点, 根据综合性实验的流程, 对涉及的知识点进行梳理及整理; 不同小组采用不同的原料配比, 各个小组的性能对比, 可以看出原料组成对产物性能的影响。

## 4 实验结果及分析

图 3 所示是动态硫化过程中 EVA/NBR/ZDMA 热塑性硫化胶的扭矩-时间关系曲线, 其中 EVA/NBR 质量比固定为 60/40, ZDMA 为变量。图中, 第 1 和第 2 个转矩峰分别代表了 EVA 和 NBR 混炼胶的熔化, 第 3 个转矩峰则代表 NBR 相达到最大交联程度。从图中还可见, 当 ZDMA 含量从 0 增加到 10 phr 时, NBR 相开始熔化到发生最大程度交联的时间从 2.7 min 缩短

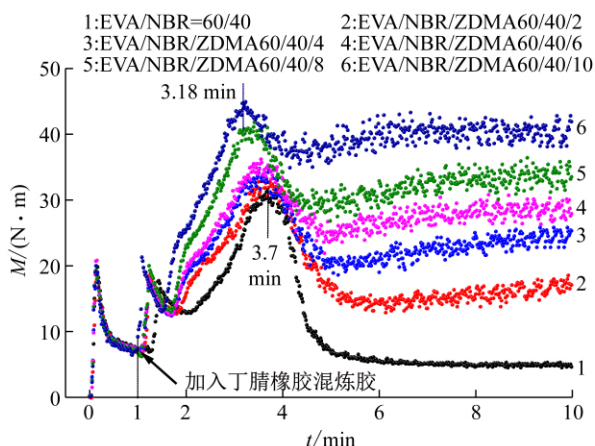


图 3 动态硫化过程中 EVA/NBR/ZDMA 热塑性硫化胶的扭矩-时间关系曲线

到 2.18 min, 且最大扭矩从 31.7 N·m 增加到 44.6 N·m, 表明 ZDMA 的添加, 不仅促进了 NBR 交联网络的形成, 而且增大了 NBR 的交联程度。ZDMA 在 DCP 诱导动态硫化过程中发生原位聚合<sup>[13-14]</sup>, 具体而言, 含有双键的增强体 ZDMA 可以在 EVA/NBR 界面处发生接枝聚合, 使得 NBR 与 EVA 两相之间的界面作用获得强化。

图 4 显示了系列 EVA/NBR/ZDMA 热塑性硫化胶的应力(σ)-应变(ε)曲线。由图可见, 所有样品的 σ-ε 曲线的初始模量均随着 ZDMA 含量的提高而增大, 并表现为曲线初始斜率增大; 在拉伸的中后期, σ 随 ε 的增大几乎呈线性增大, 直至样品断裂; ZDMA 的加入, 使得拉伸强度有所提高。随着 ZDMA 用量的提高, 断裂伸长率发生下降, 这可归因于当 ZDMA 用量提高时, TPV 中 NBR 分散相的体积显著增加, NBR 分散相难于在有限的 EVA 基体中实现分散均匀而形成缺陷, 由此导致 TPVs 的断裂伸长率下降。

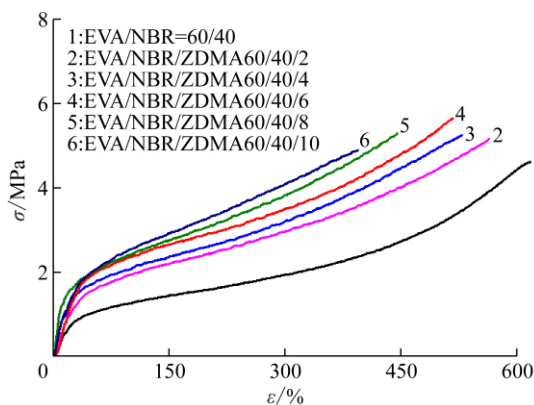


图 4 系列 EVA/NBR/ZDMA 热塑性硫化胶的应力-应变曲线

为了考核 ZDMA 对 NBR 分散相粒径的细化作用, 采用 90 °C 热甲苯对热塑性硫化胶样品进行了选择性刻蚀, 溶解掉样品表层的 EVA, 样品中的交联 NBR 粒子得以凸现。图 5(a) 和 (b) 分别是 ZDMA 含量为 6 phr 和 0 phr 的 TPV 刻蚀样品表面的 FE-SEM 图像。从图 5(a) 中可看出, NBR 橡胶粒径为 3~5 μm, 而图 5(b) 中粒径则为 10~15 μm。可见, NBR 相中 ZDMA 的引入, 显著细化了分散相粒子的尺寸, 大幅度增加了界面面积; 可见, 增强体 ZDMA 的存在, 在对 NBR 相增强的同时, 也显著改善了 EVA 和 NBR 两相之间的界面结合, 改善了体系性能, 这与图 2、3 所示的结论是一致的。

图 5(c) 显示了 EVA/NBR/ZDMA(60/40/6) 热塑性硫化胶样品的纵向拉伸表面的 FE-SEM 图。在该实验中, 拉伸速度被设定为 50 mm/min, 伸长率被设定为 100%, 这样做的目的是为了确保应力能够在 EVA/NBR 的界面处实现有效的传递。从图 5(c) 可见, 样品的纵向拉伸表面上具有更明显的取向微观结构, 这



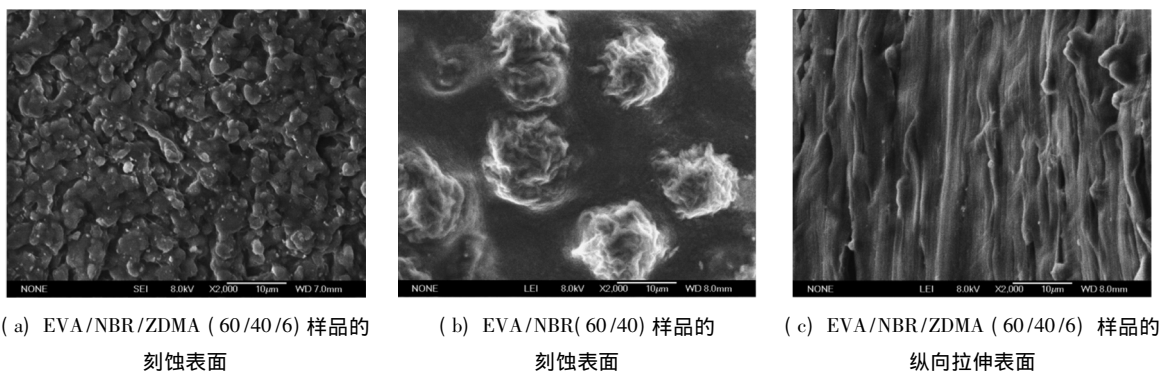


图 5 热塑性硫化胶样品的 FE-SEM 图

种微观结构是由于 EVA 室温下的拉伸取向以及 EVA 通过界面作用,将拉伸变形后的 NBR 粒子进行了固定所致;这种在拉伸变形过程中产生的取向,将会在形状回复过程中提供必要的驱动力。

为了直观地了解 EVA/NBR/ZDMA 热塑性硫化胶的形状记忆效应,利用数码相机记录了 EVA/NBR/ZDMA (60/40/2) TPV 样品在拉伸、折叠、螺旋和卷曲模式下的形状回复的演变过程。变形温度和回复温度均设定在 95 ℃,略低于 EVA 树脂的熔融温度(97 ℃),因为在该温度下 EVA 的部分晶区发生熔融,TPV 发生软化,有利于临时形状的固定。从图 6 中可清楚地看到,处于不同临时形状的 TPV 样品在 20 s 内均可

回复到接近初始形状的状态;而且热塑性硫化胶样品在形状回复初期(0~10 s)即以较快速率进行回复,随着时间的延长,样品的回复速率趋于缓慢,直至回复到其最初的形态。这是因为在形状回复初始阶段,当热量从热介质中传递到热塑性硫化胶中时,处于高弹态的形变的橡胶粒子迅速发生回弹,为变形后样品的回复提供了较大的形状回复驱动力。需要强调的是,图 6 (b) 中的形状 1~3 均来自相同的热塑性硫化胶样品,这表明 EVA/NBR/ZDMA 热塑性硫化胶在形状记忆过程中可以表现出优异的再加工和形状重建能力,意味着可适应多种形状记忆场合,有望在智能器件领域得到应用<sup>[15]</sup>。

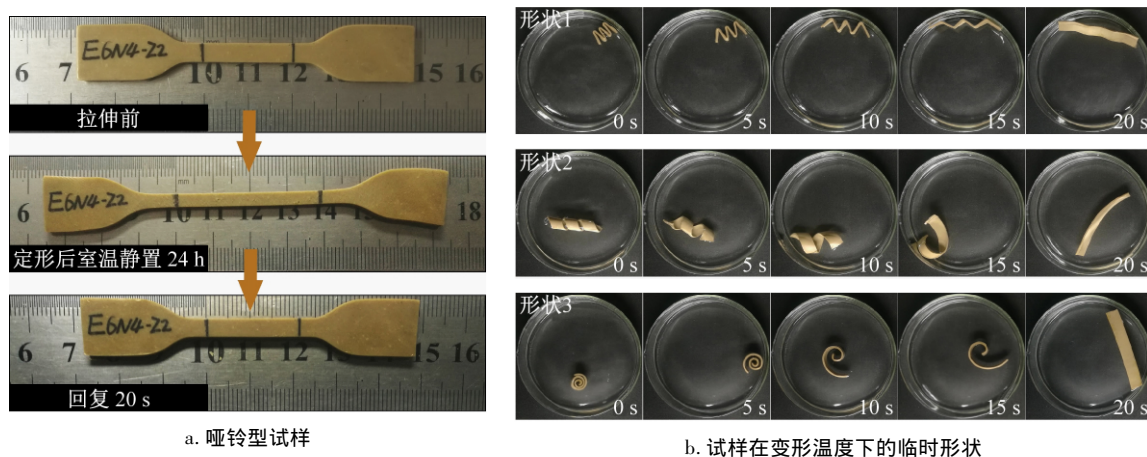


图 6 各种变形模式下 EVA/NBR/ZDMA (60/40/2) 热塑性硫化胶的形状记忆回复行为  
(变形温度 95 ℃; 回复温度 95 ℃)

为了定量研究形变量与热塑性硫化胶形状记忆行为的关系,采用 EVA/NBR/ZDMA (60/40/6) 热塑性硫化胶样品为样本,测试了其在相同的变形温度和回复温度(95 ℃)条件下发生 50%、100%、150% 和 200% 拉伸变形时的形状记忆性能,测试结果如图 7 所示。由图 7 可见,随着应变的增大,TPV 样品的形状固定率和形状回复率均出现不同程度的下降,这是因为应变增大时,其内部 NBR 橡胶颗粒的变形程度随之增大,对于固定 NBR 颗粒的 EVA 相的强度要求也随之提高,而且随着应变增大,材料不可避免地会出现微观缺陷,这些原因综合导致了材料形状记忆性能的下降。

需要指出的是,即使 TPV 样品应变增加到 200%,其形状固定率和形状回复率的值仍高于 85%,这表明基于 EVA/NBR/ZDMA 热塑性硫化胶的形状记忆材料在高应变下仍具有很大的应用潜力和优势。

作为一个综合性的大学本科生实验,在热塑性硫化胶的形状记忆材料的综合实验的实施过程中,还可以根据实验教学的需求,及时增加实验环节中的变量,例如,研究 TPV 的橡塑比、变形温度、回复温度对形状记忆性能中形状固定率和形状回复率的影响;也可以对 NBR 混炼胶的硫化体系和增强体系进行改变,研究硫化体系和增强体系对体系形状记忆性能的影响规

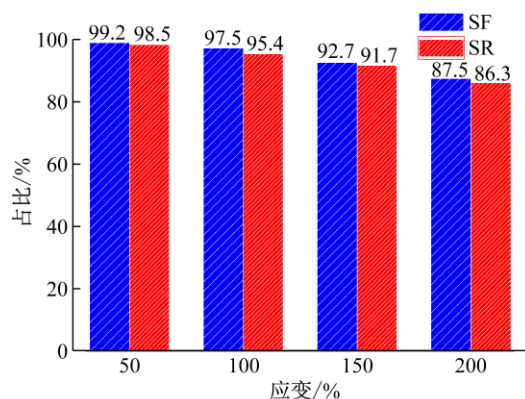


图7 形变量对热塑性硫化胶的形状固定率(SF)和形状回复率(SR)的影响(EVA/NBR/ZDMA 质量比=60/40/6; 变形温度95℃; 回复温度95℃)

律; 还可以通过改变变形模式, 研究不同变形模式下形状记忆行为。通过对这个具有一定研究性的综合性实验内容的不断完善, 根据实验教学的需求, 不断调整实验中的变量, 并适当增加设计性的因素, 可以使这个综合实验具有旺盛的生命力和持续自我更新的能力, 在培养大学生的创新意识和主动思维能力中, 发挥重要的促进作用。

## 5 结 语

通过对热塑性硫化胶的形状记忆材料综合实验的改革探索, 实验教学成效有了显著提升。

(1) 实验教学内容创新。热塑性硫化胶的形状记忆材料综合实验涉及高分子材料加工工艺、功能材料课堂授课内容中的热塑性塑料、橡胶、添加剂、配方设计、动态硫化、模压成形、热致型形状记忆高分子材料等多个重要的知识点; 该综合实验的实施, 不仅强化了大学生对理论知识的深入理解和掌握, 更重要的是通过实验中涉及的混炼工艺、动态硫化操作、模压成形操作、蚀刻技术、形状记忆性能测试表征、扫描电镜观察等实验操作, 从理论学习转到实践锻炼, 通过这个涉及材料4要素的功能高分子材料的实验, 让大学生领悟到材料学领域科研活动的基本思路, 并且在实验的实施过程中, 促进大学生的创新意识和创新能力的养成。

(2) 实验教学强调课堂理论知识与实践环节的融合和渗透。本综合实验选用目前在全球产业化仅30余年且在国内仍处于产业化初期的热塑性硫化胶为研究对象, 以学术界近年来对热塑性硫化胶的形状记忆功能的前沿基础研究为契机, 将其制备、成形、结构表征及性能测试结合在一起, 作为综合性实验的基本内容, 具有突出的新颖性, 而且在综合实验中还有可随时调整变量; 与传统的演示型和验证型实验相比, 学

生们积极主动地参与实验课, 在整个实验教学的进行过程中, 学生们思维活跃、细心操作、认真观察、彼此合作默契, 与实验指导教师的沟通和交流多且深入, 大学生的实践能力和思维能力获得了明显的提升; 在教学过程中, 洋溢着主动参与和热烈讨论的氛围; 实验教学内容的与时俱进, 以及综合性实验教学的系统深入的展开, 激发了学生的创新思维, 实践能力以及运用知识解决实践问题的能力获得提升, 这为后续的毕业设计和科研活动, 夯实了基础。

## 参考文献(References):

- [1] 王 琪. 研究型大学在建设创新型国家中的作用[J]. 高等理科教育, 2011(5): 28-32.
- [2] 米 洁, 高 宏. 课程-实践-创新相辅相成的教学模式改革[J]. 实验室研究与探索, 2015, 34(2): 167-170.
- [3] 郝兰众, 刘云杰, 张亚萍, 等. 研究型综合实验设计与实践教学模式探究[J]. 实验室研究与探索, 2019, 38(2): 179-181.
- [4] 王显威, 朱倩倩, 王小二, 等. 功能材料专业研究型实验教学模式探索[J]. 实验室研究与探索, 2017, 36(8): 184-186.
- [5] 张宏艳, 丁国新, 王艳丽. 高分子综合实验探索与实践[J]. 实验室研究上探索, 2015, 34(11): 156-158.
- [6] 冯元新, 叶高翔, 李祖樟, 等. 基于创新实践能力培养的物理实验教学改革[J]. 实验室研究与探索, 2018, 37(2): 228-230.
- [7] 方正军, 李 靖, 郭 峰, 等. 科教融合的基础化学综合实验项目设计[J]. 实验室研究与探索, 2019, 38(5): 160-163.
- [8] 陈少军, 陈仕国, 陈大柱. 高分子材料力学性能测试综合实验教学改革初探[J]. 实验室研究与探索, 2011, 30(8): 353-355.
- [9] Gessler A M, Haslett W H. Process for preparing a vulcanized blend crystalline polypropylene and chlorinated butyl rubber[P]. USA: USP 3 037 954, 1962-06-05.
- [10] Fischer W K. Thermoplastic blend of partially cured monoolefin copolymer rubber and polyolefin plastic[P]. USA: USP 3 758 643, 1973-09-11.
- [11] Coran A Y, Patel R P. Rubber-Thermoplastic compositions. Part V. Selecting polymer for thermoplastic vulcanizates[J]. Rubber Chemistry and Technology, 1982, 55(1): 116-136.
- [12] Wang Y, Zhu G, Tang Y, et al. Mechanical and shape memory behavior of chemically cross-linked SBS/LDPE blends[J]. Journal of Polymer Research, 2014, 21(4): 405-415.
- [13] Nie Y, Huang G, Qu L, et al. Cure kinetics and morphology of natural rubber reinforced by the in situ polymerization of zinc dimethacrylate[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2010, 115(1): 99-106.
- [14] Chen Y, Xu C. Crosslink network evolution of nature rubber/zinc dimethacrylate composite during peroxide vulcanization[J]. Polymer Composites, 2011, 32(10): 1505-1514.
- [15] Pilate F, Toncheva A, Dubois P, et al. Shape-memory polymers for multiple applications in the materials world[J]. European Polymer Journal, 2016, 80(4): 268-294.



## 获奖:

中国高校特色科技期刊  
中国高校优秀科技期刊  
《CAJ-CD规范》执行优秀期刊  
全国高校优秀编辑质量科技期刊  
华东地区优秀期刊  
上海市高校优秀科技期刊

## 入选下列网站、数据库及检索系统:

- 《中国学术期刊(光盘版)》
- 《中国期刊网》
- 《万方数据——数字化期刊群》
- 《中国核心期刊(遴选)数据库》
- 《中国学术期刊综合评价数据库》
- 《中文科技期刊数据库》
- 《中文电子期刊服务》
- 《中国学术期刊文摘》(中文版)
- 俄罗斯《文摘杂志》(AJ, VINITI)
- 美国《化学文摘》(CA)
- 美国《剑桥科学文摘》(CSA)
- 美国《乌利希国际期刊指南》(UIPD)
- 英国《INSPEC》数据库
- 美国《史蒂芬斯数据库》(EBSCOhost)

## 实验室研究与探索 Shiyanshi Yanjiu yu Tansuo

(月刊, 1982年创刊)

第39卷 第10期 总第296期

2020年10月25日出版

## Research and Exploration in Laboratory

(Monthly, Started in 1982)

Vol. 39 No. 10 (Serial No. 296)

October. 25, 2020

主办: 上海交通大学

主编: 蒋兴浩

编辑出版: 《实验室研究与探索》编辑部

地址: 上海市华山路1954号

上海交通大学教学三楼456、457室

邮编: 200030

电话: (021) 62932952 62932875

广告热线: (021) 62933165 (带传真)

在线投稿网址: <http://sysy.cbpt.cnki.net>

电子邮箱: sysy@mail.sjtu.edu.cn (办公)

sysydk@163.com (订刊)

sysygy@163.com (广告)

网址: <http://sysy.cbpt.cnki.net>

印刷: 常熟市双乐彩印包装有限公司

广告经营登记证: 3101045000324

国内统一连续出版物号: CN 31-1707/T

国际标准连续出版物号: ISSN 1006-7167

国际期刊编码: CODEN: SYYTaz

发行范围: 国内外公开发行业

邮发代号: 4-834

定价: 23.5元/册