

## 《聚合物表征》期末考试试卷(A)

课程代码	P	S	E	3	3	2	0	0	E
------	---	---	---	---	---	---	---	---	---

班级：                      姓名：                      学号：                      分数：

题号	一	二	总分
得分			

一、 选择题（下面每个选择题中有一个或多个正确答案，每题 2 分，共 40 分）

1. 等温结晶的计算公式 C。

A. Bragg 方程 B. Scherrer 方程 C. Avrami 方程 D. Hoffman-Weeks 方程

2. X 射线衍射可用于分析结晶性聚合物的 AB。

A. 结晶度 B. 晶型 C. 熔点 D. 球晶尺寸

3. 红外光谱常用的制样方法有 ABD。

A. 粉末压片法 B. 热压成膜法 C. 载玻片夹层法 D. 溶液流延薄膜法

4. 动态热机械分析(DMTA)可以进行的扫描模式有 ABD。

A. 温度 B. 时间 C. 能级 D. 频率

5. 红外光谱中的一个附件 B，可以用来分析材料表层分子结构。

A. XPS B. ATR C. NMR D. EDS

6. 一般情况下，聚合物的相对分子质量与其玻璃化转变温度之间的关系是 C。

A.  $T_g$  只与支化度有关，与分子质量无关 B. 分子质量越高， $T_g$  越低

C. 分子质量越高， $T_g$  越高 D. 一种材料  $T_g$  固定，与分子质量无关

7. 可以得到聚合物相对分子质量分布的方法有 B D。

A. 端基分析法 B. 凝胶渗透色谱 C. 膜渗透压法 D. GPC

8. DSC 实验需要的样品量大约是 B D。

A. 5~10g B. 5~10mg C. 0.5~1 g D. 0.005~0.01g

9. 红外光谱中吸光度 ( $A$ ) 与透过率 ( $T$ ) 的表达式为 B
- A.  $A = \lg T$       B.  $A = \lg \frac{1}{T}$       C.  $T = \lg \frac{1}{A}$       D.  $T = \frac{1}{A}$
10. 红外光谱测试制样中经常使用的载体是 C。
- A. 硝酸钠晶体    B. 氯化钠晶体    C. 溴化钾晶体    D. 硅酸盐晶体
11. 聚合物材料的平衡熔点( $T_m^0$ )与实际熔点( $T_m$ )之间的关系描述是 C。
- A.  $T_m^0 \leq T_m$       B.  $T_m^0 = T_m$       C.  $T_m^0 \geq T_m$       D.  $T_m^0 = T_m - 20$
12. TGA 测试中, 可以选择的气体氛围是 ABCD。
- A. 氮气    B. 氧气    C. 空气    D. 二氧化碳
13. 聚合物材料中添加增塑剂会导致 DMTA 温度谱曲线中的  $\text{tg}\delta$  C。
- A. 向高温移动    B. 向高温, 低温同时移动    C. 向低温移动    D. 不动
14. 热失重实验中得到 DTG 曲线的峰值代表的是 C 的温度。
- A. 失重开始    B. 失重达到 50%    C. 失重速度最快    D. 失重结束
15. 球晶结构可以通过 BC 观察。
- A. NMR      B. SEM      C. POM      D. XRD
16. 某些结晶聚合物会在升温过程中出现冷结晶峰, 此峰的位置通常位于 BC
- A. 靠近  $T_m$  附近    B. 靠近  $T_g$  附近    C. 远离  $T_m$       D. 远离  $T_g$
17. GPC 测试中, 色谱柱的温度控制是 C。
- A. 随时间延长连续升温    B. 随时间延长连续降温
- C. 恒温    D. 在一定时间内重复升温—降温过程
18. DSC 测定玻璃化转变温度 ( $T_g$ ) 时, 升温速度合适的选择是 B。
- A.  $0.1 \sim 1 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$     B.  $10 \sim 20 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$     C.  $50 \sim 60 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$     D.  $100 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$
19. 从动态热机械分析(DMTA)的温度谱可得到的信息有 ABCD。
- A. 玻璃化温度    B. 次级转变温度    C. 动态模量    D. 损耗角正切
20. DSC 实验中, 使用以下哪个降温速度得到的结晶温度值最高 B。
- A.  $5 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$     B.  $2.5 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$     C.  $10 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$     D.  $15 \text{ } ^\circ\text{C}/\text{min}$

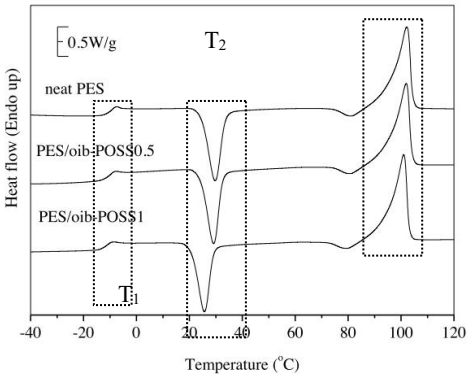
二、简答题（每题 10 分，共 60 分）

1. 一种结晶性聚合物 PES 在分别添加了 0.5wt%和 1wt%的纳米粒子 oib-POSS 之后，以 10℃/min 对其完全无定形样品升温得到的 DSC 曲线，相关数据点的数据列于表中，分别说明对应发生的物理过程。进一步说明纳米粒子的影响。

	T <sub>1</sub> / ℃	T <sub>2</sub> /℃	ΔH <sub>2</sub> /(J/g)	T <sub>3</sub> /℃	ΔH <sub>3</sub> /(J/g)
PES	-9.2	29.7	43.6	102.2	60.4
PES/0.5POSS	-9.9	29.2	40.6	102.0	57.0
PES/1.0POSS	-10.9	25.7	37.1	101.0	56.2

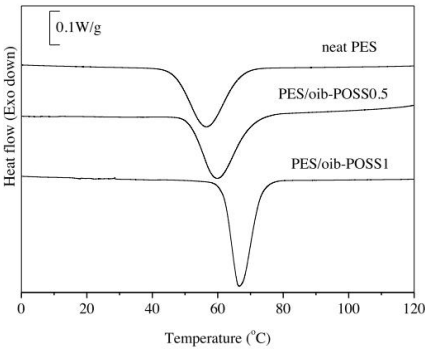
答：

- 1) T<sub>1</sub>:玻璃化转变区。随着 oib-POSS 添加量增加，PES 的玻璃化转变略向低温移动。
- 2) T<sub>2</sub>:冷结晶区。随着 oib-POSS 添加量增加，PES 的冷结晶温度略向低温移动。冷结晶部分的焓值(ΔH<sub>2</sub>)降低。
- 3) T<sub>3</sub>:熔融区。随着 oib-POSS 添加量增加，PES 的熔融温度略向低温移动。熔融热焓值(ΔH<sub>3</sub>)降低。说明 oib-POSS 的存在导致 PES 的结晶度略有降低。



(b) PES 在分别添加了 0.5wt%和 1wt%的纳米粒子 oib-POSS 之后，以 2.5℃/min 从熔体降温得到的 DSC 曲线。说明纳米粒子的影响。

在降温过程中，随着 oib-POSS 添加量增加，PES 的结晶温度略向高温移动。结晶过程缩短。说明纳米粒子 oib-POSS 作为成核剂，使 PES 的结晶提前发生，结晶速度加快。



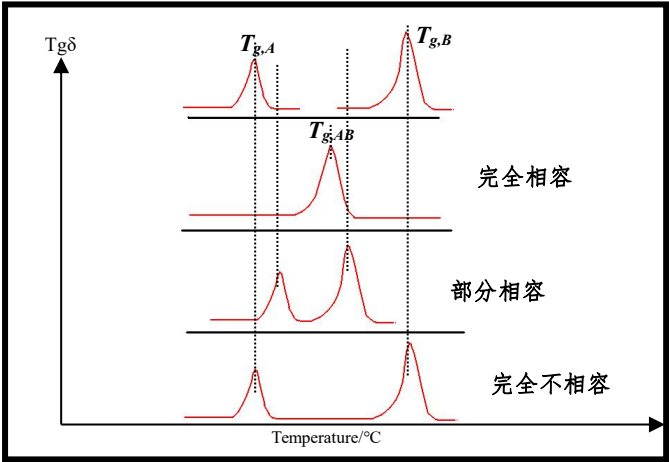
2. 聚合物共混体系可以分为相容、部分相容和不相容体系。下表为 PLA 和 PU 共混体系的 DMA 结果。对此表进行简述，并判断属于何种共混体系。如果是另外两种体系，分别画出 DMA 结果的示意图。除 DMA 之外，两相聚合物的相容性还有那种表征手段？

PU/wt%	$T_{g, PU}/^{\circ}\text{C}$	$T_{g, PLA}/^{\circ}\text{C}$
0		67.8
5	-32.5	66.8
10	-36.2	66.2
20	-38.0	65.4
30	-42.0	64.9
100	-50.0	

答：

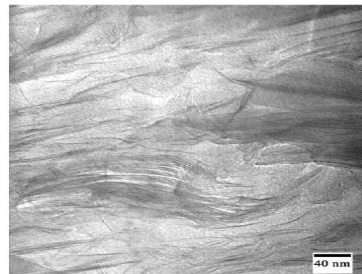
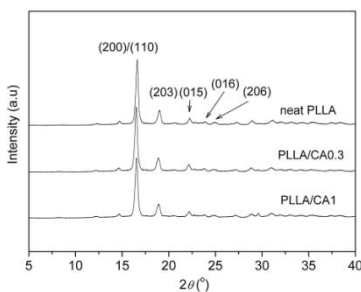
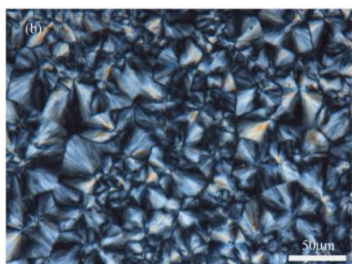
- 1) 纯 PLA 的玻璃化转变温度为 67.8℃，在 PLA/PU 共混物中，PLA 的添加量比例从 100%逐步减低到 95%, 90%, 80%和 70%时, 玻璃化转变温度随之逐步降低到 66.8, 66.2, 65.4 和 64.9℃。
- 2) 纯 PU 的玻璃化转变温度为-50℃；在 PLA/PU 共混物中，PU 的添加量比例变化为 30%, 20%, 10%和 5%时，玻璃化转变温度呈现逐渐增高的趋势，分别达到-42.0, -38.0, -36.2 和-32.5℃。
- 3) 从上面的数据看出，PLA/PU 的共聚物随着共混比例的变化，出现各自的玻璃化转变温度向中间移动，靠近的趋势。因此两种聚合物表现出一定的相容性，属于部分相容体系。

如果为完全不相容体系，会出现两个独立的  $\text{tg}\delta$  峰，峰值分别两种聚合物各自对应的  $\text{tg}\delta$  峰；如果为完全相容体系，会出现一个加宽的玻璃化转变区域，在两种聚合物各自  $\text{tg}\delta$  峰之间的一个加宽的  $\text{tg}\delta$  峰。



还可以使用 DSC, FTIR 和电子显微镜等手段观察相容性。

3. 某同学的毕业设计课题为一种可生物降解的结晶型高分子材料聚乳酸（PLA）与改性片状纳米材料复合材料的制备。分别说明以下几个结果是通过什么表征手段得到？



如果再想具体研究内容包括：

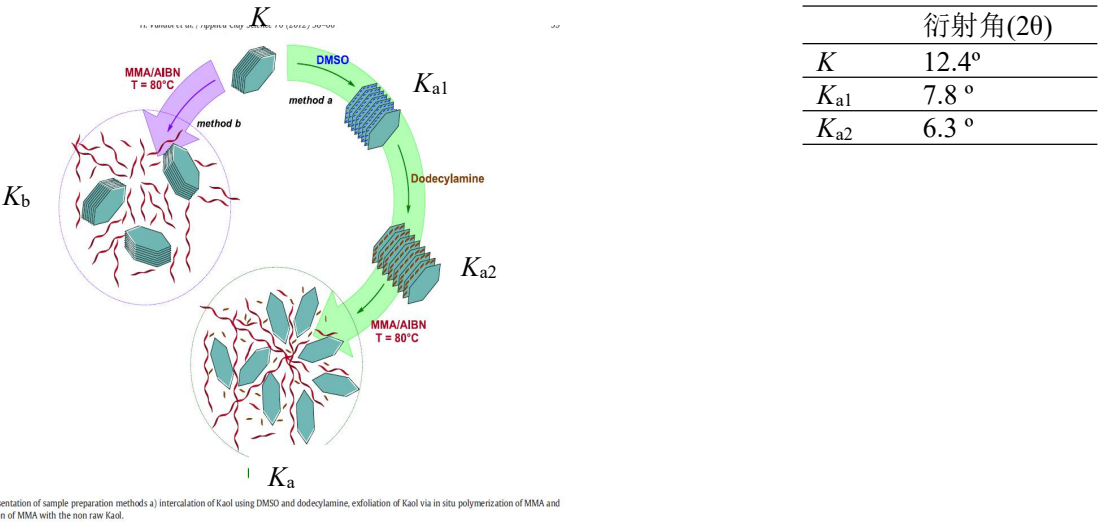
- (1) MMT 对 PLA 的熔融行为及等温及非等温结晶动力学
- (2) MMT 对 PLA 的热稳定性的影响
- (3) MMT 对 PLA 的动态力学性能的影响

针对上述各项研究内容该同学应分别**首选**哪些主要仪器？

答：偏光显微镜 POM; X 射线衍射 (XRD)；透射电镜 (TEM)

- (1) MMT 对 PLA 的熔融行为及等温及非等温结晶动力学：差示扫描量热 (DSC)
- (2) MMT 对 PLA 的热稳定性的影响：热失重 (TGA)
- (3) MMT 对 PLA 的动态力学性能的影响：动态力学性能 (DMTA)

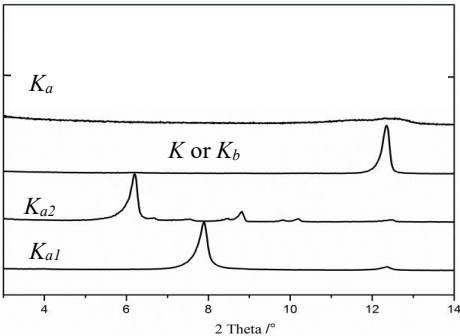
4. 高岭土( $K$ )经过以下两条改性(a 和 b)路径进行改性, 得到两种不同结构的改性产物。说明各个步骤得到的产物结构如何表征。画出  $K$ ,  $K_{a1}$ ,  $K_{a2}$ ,  $K_a$  和  $K_b$  这 5 种产物的(001)晶面的 XRD 示意图。根据 XRD 谱图上(001)晶面衍射角的位置变化, 说明其层间距变化的趋势。列出根据衍射角计算层间距的公式。



答:

从方法 b 出发, 改性产物  $K_b$  的分子结构没有发生变化, 与  $K$  相同。

从方法 a 出发, 改性产物 001 晶面的衍射角度逐渐变小, 说明片层结构的层间距逐渐打开。最终实现剥离分散, 没有规整的片层结构, 最终产物的 XRD 衍射图中 001 晶面的衍射峰消失。



判定依据: Bragg 衍射方程  $2d \sin\theta=\lambda$

其中  $d$  为晶面间距 (nm),  $\theta$ 为衍射角度, 为入射的 X 射线的波长 (nm)

衍射角度越低, 对应的晶面间距越大。

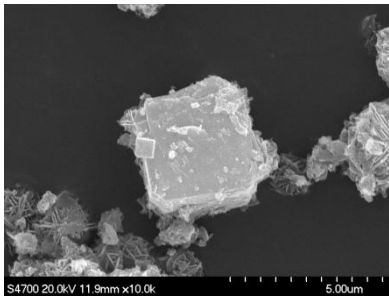




6. 从下面 13 个词分别归属到如下四张图中(可以重复选, 也可以不选)

(1)光学显微镜 (2)电子显微镜 (3)原子力显微镜 (4)扫描隧道显微镜 (5) 相差显微镜  
(6)偏光显微镜 (7) 扫描电镜 (8) 透射电镜 (9)SEM (10)TEM (11)POM (12)AFM  
(13) STM

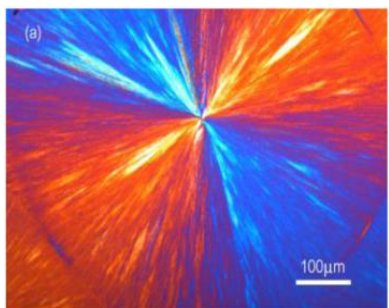
分别描述四张图所使用的观察手段。在聚合物研究中有哪些具体应用以及在聚合物形态研究中的区别。



(2)电子显微镜 (7) 扫描电镜 (9)SEM

**SEM:**研究聚合物的表面或断面, 可以看到纳米尺度的信息。

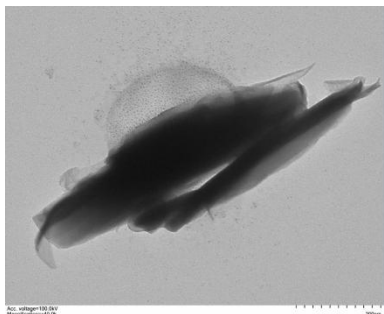
**应用:** 聚合物共混物的相行为和形态研究、纳米粒子在聚合物基体中的分散、聚合物的力学断裂机理、聚合物的降解机理等。



(1)光学显微镜 (6)偏光显微镜 (11)POM

**POM:**在微米尺度观察聚合物球晶的形貌及生长

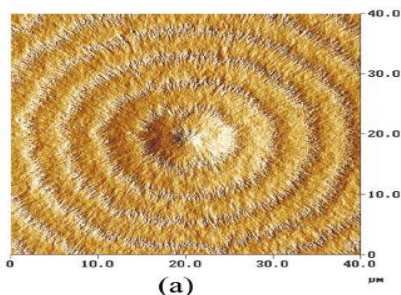
**应用:** 聚合物球晶的形貌及生长



(2)电子显微镜 (8) 透射电镜 (10)TEM

**TEM:**研究聚合物的内部结构, 可以看到纳米尺度的信息。

**应用:** 纳米粒子结构分析等。纳米粒子在聚合物基体中的分散



(3)原子力显微镜 ((12)AFM

**应用:** 聚合物材料表面形貌的纳米探针扫描, 可以得到材料表面在高度维度上的信息。