

## 《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. DSC 实验中，使用以下那个重量的样品得到的熔点值最高 B。

A. 0.003 g      B. 10 mg      C. 0.008g      D. 6 mg

2. X 射线衍射可用于分析结晶性聚合物的 BC。

A. 熔点      B. 晶型      C. 结晶度      D. 球晶尺寸

3. 红外光谱常用的制样方法有 ABC。

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

4. GPC 实验中，所测试的样品处于 B 状态。

A. 熔融      B. 溶解      C. 透明      D. 结晶

5. 动态热机械分析(DMTA)可以进行的扫描模式有 ABCD。

A. 温度      B. 时间      C. 能级      D. 频率

6. 红外光谱可以与 C 连用，来分析材料热降解过程中溢出的气体成分。

A. GPC      B. 衰减全反射 (ATR)      C. TGA      D. 拉曼光谱

7. DSC 法等温结晶过程的正确操作是 A。

~~— A. 将样品加热到  $T_m$  以上  $20\sim 30^\circ\text{C}$ , 恒温数分钟后匀速降温至等温结晶温度, 记录 DSC 谱图~~

~~— B. 将样品加热到  $T_m$  以上  $20\sim 30^\circ\text{C}$ , 恒温数分钟后迅速升温至等温结晶温度, 记录 DSC 谱图~~

~~— C. 将样品加热到  $T_m$  以下  $20\sim 30^\circ\text{C}$ , 恒温数分钟后迅速降温至等温结晶温度, 记录 DSC 谱图~~

~~— D. 将样品加热到  $T_m$  以下  $20\sim 30^\circ\text{C}$ , 恒温数分钟后匀速升温至等温结晶温度, 记录 DSC 谱图~~

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 D。

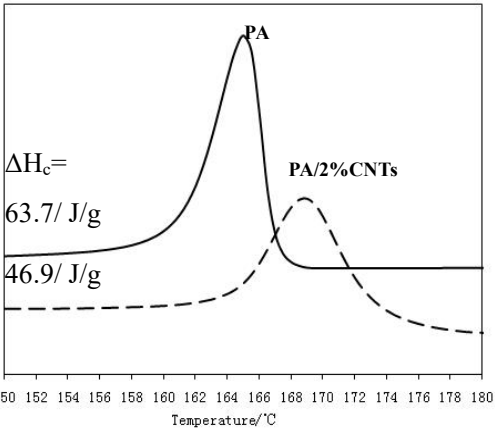
A.  $T_g$  只与支化度有关，与分子质量无关      B. 分子量越高， $T_g$  越低

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

7. 可以得到聚合物**相对分子质量分布**的方法有 B。
- A. 端基分析法    **B. 凝胶渗透色谱**    C. 膜渗透压法    D. 光散射法
8. **TGA** 实验需要的样品量大约是 D。
- A. 5~10g    B. 1~5g    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 D
- A.  $A = \lg T$     B.  $T = \frac{1}{A}$     C.  $T = \lg \frac{1}{A}$     **D.  $A = \lg \frac{1}{T}$**
10. 红外光谱测试制样中经常使用的载体是 B。
- A. 硝酸钠晶体    **B. 溴化钾晶体**    C. 氯化钠晶体    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. 结晶聚合物**的结晶度测量**方法有 A D。
- A. XRD**    B. GPC    C. 热台-偏光显微镜    **D. DSC**
13. 聚合物材料中**添加增塑剂会导致 DMTA 温度谱曲线中的  $\lg \delta$**  B。
- A. 向高温移动    **B. 向低温移动**    C. 向高温, 低温同时移动    D. 不动
14. **热失重实验中得到 DTG 曲线的峰值代表的是** D 的温度。
- A. 失重开始    B. 失重达到 50%    C. 失重结束    **D. 失重速度最快**
15. **丁苯橡胶(SBR)的玻璃化转变平台** 出现在 B。
- A. 30~60°C    **B. -80~-20°C**    C. 0~30°C    D. 70~100°C
16. 在 **PET** 纤维升温 DSC 曲线中, 在远低于熔点处会出现一放热峰, 此峰即 C 峰
- A. 结晶    B. 玻璃化温度    **C. 冷结晶**    D. 固化
17. **GPC 仪器中正确的连接是** C。
- A. 进样器-色谱柱-泵-检测器    B. 进样器-泵-色谱柱-检测器  
**C. 泵-进样器-色谱柱-检测器**    D. 泵-进样器-检测器- 色谱柱
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. 0.1~1 °C/min    **B. 10~20 °C/min**    C. 50~60 °C/min    D. 100 °C/min
19. 从动态热机械分析(**DMTA**)的温度谱可得到的信息有 A B C D。
- 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. **等温结晶**的计算公式 B。
- A. Bragg 方程    **B. Avrami 方程**    C. Scherrer 方程    D. Hoffman-Weeks 方程

二、简答题（每题 10 分，共 60 分）

1. 下图是一种聚酰胺及其添加 2%CNTs(碳纳米管)样品以 10℃/min 的降温速度得到的 DSC 曲线。说明 CNTs 对 PA 结晶性能造成的影响。



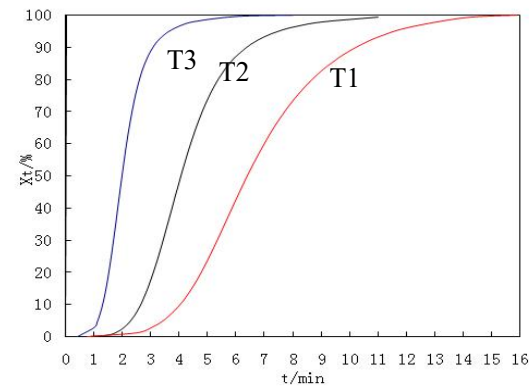
PA 的结晶过程基本从 169℃开始，到 151℃基本结束，其中峰值结晶温度 164℃左右。结晶过程中释放的结晶热为 63.7J/g。

2%的 CNTs 使 PA 的结晶过程提前发生，起始结晶发生再 179℃，到 160℃基本结束，峰值结晶温度 169℃左右，结晶热为 46.9J/g。

综合分析，CNTs 对 PA 结晶影响作用在两个方面：

- 1)纳米结构的 CNTs 作为成核剂，使 PA 的结晶过程提前发生
- 2)刚性的 CNTs 形成的网络限制了柔性 PA 分子链的运动，导致结晶度降低。

(b)纯 PA 在 170, 168 和 166 °C 下等温结晶的曲线如下图所示，标明三条曲线对应的结晶温度，并从曲线上得到相应的  $t_{1/2}$ 。



	结晶温度/℃	$t_{1/2}/\text{min}$
<b>T1</b>	<b>170</b>	<b>2.1</b>
<b>T2</b>	<b>168</b>	<b>4.2</b>
<b>T3</b>	<b>166</b>	<b>6.8</b>

2. 聚合物共混体系可以分为相容、部分相容和不相容体系。下图为 PLLA 和 PMMA 共混体系的 DMA 结果图。对此图进行简述，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？

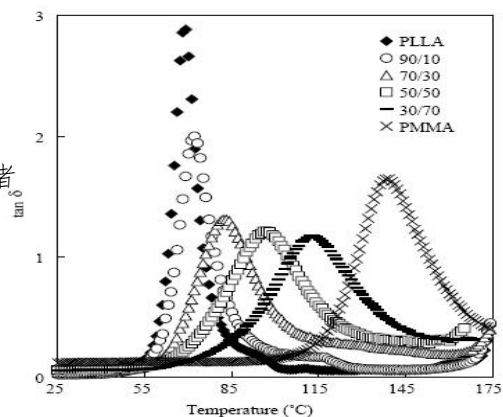
答：从图中可知，

PLLA 的  $\text{tg}\delta$  峰值出现在  $60^\circ\text{C}$  左右；

PMMA 的  $\text{tg}\delta$  峰值出现在  $145^\circ\text{C}$  左右。

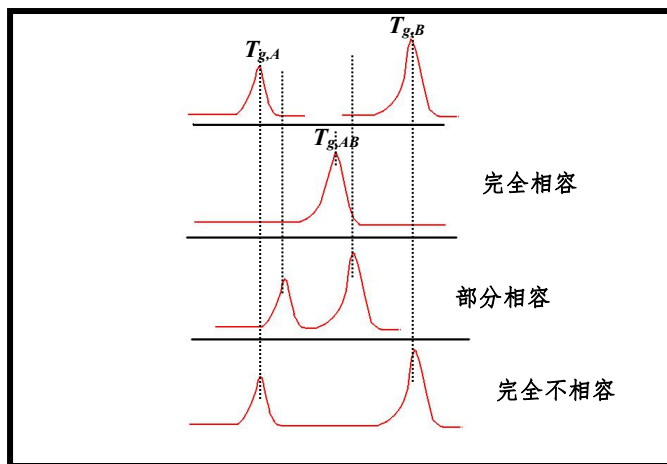
PLLA/PMMA 在 90/10 到 30/70 的配比范围内均出现在两者各自  $\text{tg}\delta$  峰之间的一个加宽的  $\text{tg}\delta$  峰。

说明 PLLA/PMMA 为相容体系。



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；

如果为部分相容体系，会出现两个独立的  $\text{tg}\delta$  峰，峰值出现在两种聚合物各自对应的  $\text{tg}\delta$  峰之间；



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（MMT）复合材料的制备、结晶行为，热性能与降解性能研究。具体研究内容包括：

- （1）MMT 片层结构的变化（2）MMT 在聚合物基体 PLA 中的分散
- （3）PLA 的晶体形态与生长速率（4）MMT 对 PLA 的熔融行为及等温及非等温结晶动力学
- （5）PLA 的晶体结构与多晶型研究（6）MMT 对 PLA 的热稳定性的影响
- （7）MMT 对 PLA 的动态力学性能的影响（8）MMT 对 PLA 降解性能的影响。

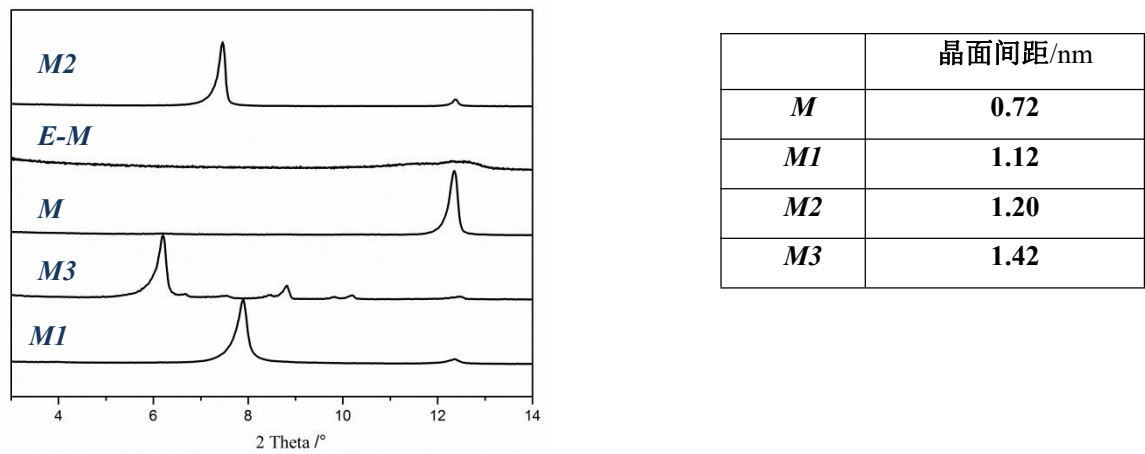
针对上述各项研究内容该同学应分别**首选**哪些主要仪器？

- （1） **X 射线衍射（XRD）；**
- （2） **扫描电镜（SEM），透射电镜（TEM）**
- （3） **热台 POM（热台偏光显微镜）**
- （4） **差示扫描量热（DSC）**
- （5） **WAXD（XRD,, 广角 X 射线衍射**
- （6） **热失重（TGA）**
- （7） **动态力学分析（DMTA）**
- （8） **凝胶渗透色谱（GPC）**

4. 一种纳米层状结构原料(*M*)经过几种不同结构的插层材料插层改性, 得到不同层面间距的产物, 分别为 *M1*, *M2* 和 *M3*, 其相应的晶面间距如表中列出。还得到一种剥离结构产物(*E-M*)。

(1)根据 XRD 谱图对应标注出 *M*, *M1*, *M2*, *M3* 及 *E-M* 分别对应哪条谱线。

(2)说明判定的机理



从上到下依次为 1) *M2*      2) *E-M*      3) *M*      4) *M3*      5) *M1*

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)

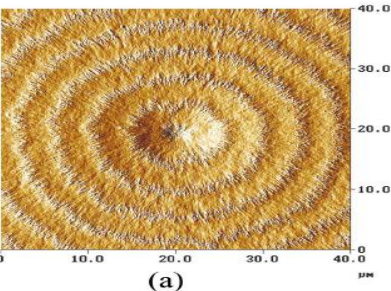
衍射角度越低, 对应的晶面间距越大。



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)

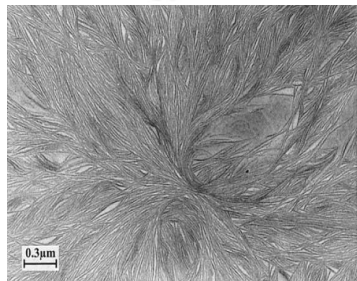
- (1)光学显微镜    (2)电子显微镜    (3)原子力显微镜    (4)扫描隧道显微镜    (5) 相差显微镜  
(6)偏光显微镜    (7) 扫描电镜    (8) 透射电镜    (9)SEM    (10)TEM    (11)POM    (12)AFM  
(13) STM

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。



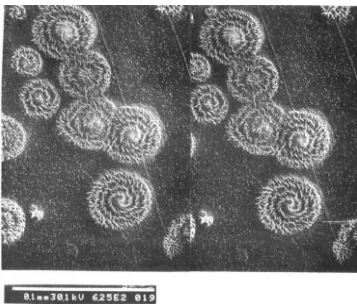
(3)原子力显微镜    (12)AFM

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。



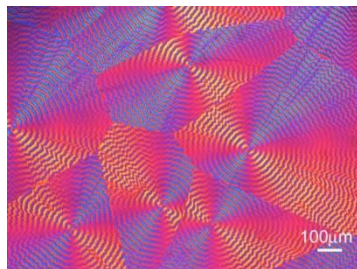
(2)电子显微镜    (8) 透射电镜    (10)TEM

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



(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