**绪论**

1. 波谱解析四大谱：UV-vis（紫外可见分光光度法）、IR、NMR、MS
2. IR测定非对称结构，定量差，样品不宜含水
3. Raman研究非极性结构，可以含水，与IR互补
4. UV-vis测定含重键或芳香共轭体系的化合物。其中，生色团含不饱和键，产生吸收峰；助色团（含有孤对电子）与生色团共轭，吸收峰红移且增强
5. NMR中的化学位移
6. 1H NMR标样选择TMS（四甲基硅烷）及其原因
7. 峰的裂分，耦合常数的概念，（n+1）规则
8. 根据峰的裂分情况与强度进行峰的归属
9. 质谱
10. 表面元素分析：XPS（X射线光电子能谱）、EDAX（表面电子能谱）
11. 测分子量及其分布
12. 端基滴定法：数均分子量
13. 小角激光光散射（LALLS、SALS）：重均分子量
14. 黏度法：黏均分子量
15. GPC：各种分子量以及分布系数
16. 测支化度、交联度
17. IR半定量表征支化度
18. 裂解色谱-质谱法推算支化度
19. DSC、DMTA表征固化度（交联度）
20. 测结晶度：XRD、DSC
21. 测晶体尺寸
22. **XRD不能测球晶尺寸**
23. 小角X射线散射法（SAXS）
24. 小角激光光散射（LALLS、SALS）
25. 研究结晶过程（等温、非等温），研究结晶速率与结晶动力学
26. 热台偏光显微镜（PLM、POM）
27. 差式扫描量热法（DSC）：**注意消除热历史！**
28. 观察结晶形态
29. 偏光显微镜（POM、PLM）
30. 高分辨透射电镜（HRTEM）
31. 原子力显微镜（AFM）
32. 研究取向度
33. 双折射法
34. 广角X射线衍射法（WAXS）
35. 表征液晶态
36. PLM：测定清亮点，观察织态结构
37. DSC：测液晶相变温度及其热焓
38. 液晶的晶型转变峰往往比熔融峰低得多，易被忽略
39. 清亮点若高于降解温度，则观测不到清亮点
40. 表征相容性
41. IR
42. DSC
43. DMTA
44. PCM（相差显微镜）
45. **DSC是测定不了次级转变峰的！**因为灵敏度不够高，而DMTA则可以捕捉到，其损耗角正切值出峰很明显。
46. 分子链运动的表征：DSC、DMTA、TMA、温度-形变仪
47. 力学性能的表征
48. 静态：万能材料试验机
49. 动态：DMTA
50. 热学性能：

耐热性：Tg、Tm——DSC、DTA、DMA（DMTA）、膨胀计

热稳定性：Ts、Td——TMA、TGA、热变形仪

1. 课后思考题

**IR**

1. 红外光谱，单指波数在4000-400cm-1范围内的中红外光谱
2. 样品分子在红外光下发生振动能级和转动能级的跃迁，因此IR又称分子振转光谱
3. λ=c/ν，波数=1/λ=ν/c，即波数与频率是同等地位、共同变化的，所以：

峰往高波数移动为蓝移，往低波数移动为红移。

1. 吸光度，透过百分比
2. 分子振动的六种形式
3. 伸缩（伸展）振动：对称、反对称
4. 弯曲（变形）振动
5. 面外：摇摆、扭曲
6. 面内：剪式、摇摆
7. 基频峰和泛频峰
8. 基频峰：振动能级由基态跃迁至第一激发态产生的吸收峰
9. 泛频峰：基频峰的翻倍或叠加
10. 基频峰理论个数
11. 非线性分子振动自由度=3n-6
12. 线性分子振动自由度=3n-5
13. n为分子中原子个数
14. 简并：分子中多个振动的振频相同或很相近时，其吸收谱带叠加合为一个谱带
15. 实际基频吸收峰数目远小于理论数目的原因：主要是简并
16. IR解谱四要素：峰位、峰强、峰形、关联峰
17. 特征吸收峰，峰的移动（红移、蓝移）
18. 官能团区、指纹区
19. 光谱区段的粗分（很粗略，大概了解即可）
20. 吸收峰移动的影响因素（尤其分子内因素）
21. IR的应用
22. 鉴定未知物的成分
23. 鉴别区分结构相似的聚合物
24. 研究聚合物的相容性
25. 定量分析
26. 接枝聚合物接枝率的测定
27. 环氧树脂固化度的测定：采用内标法，选择参比峰和特征峰
28. 红外光谱中可以用来观察材料表面基团结构的附件是：红外衰减全反射附件（ATR）
29. 红外光谱测试制样中经常使用的载体是：KBr
30. 课后思考题

**XRD**

1. 次生X射线，标识谱
2. 晶面，晶面间距
3. 次生X射线，次声波相干，用于晶体衍射
4. Bragg反射，Bragg方程

2dsinθ=nλ

不同谱图对比时，衍射峰对应2θ值越小，晶面间距越大 **P43练习题1**

1. 衍射谱图三要素：峰位（测晶体常数）、线形（测晶粒大小）、强度（测晶相含量）
2. XRD的应用
3. 物相分析：元素结合状态和聚集态结构
4. 判断结晶与取向
5. 照片判断
6. 是否结晶：细线条为结晶，弥散为非晶
7. 是否取向：圆环断裂为弧线或斑点为取向，一条连续的圆环为非取向
8. 衍射谱图判断
9. 是否结晶：宽峰无定形，尖锐峰为结晶
10. 是否取向：峰强度与标准谱图卡对比，相同则无取向，差距越大取向程度越大
11. 测定结晶度
12. 测晶粒尺寸（晶面族法向尺寸）
13. 鉴别结晶性聚合物的不同晶型
14. 探伤
15. 插层复合物的研究：sinθ变小，说明d增大，说明插层成功
16. **XRD不能测球晶尺寸！！！**
17. 课后思考题

**GPC**

1. 固定相、流动相
2. 色谱分类
3. 按分离原理：吸附色谱法 、分配色谱法、离子交换色谱法、排阻色谱法
4. 按分离方法：柱色谱法、薄层色谱法、纸色谱法、气相色谱法、液相色谱法
5. GPC属于体积排除色谱法
6. 检测器：示差检测器，示差+紫外（浓度型）检测器
7. 样品的制备

为促进样品溶解进行超声扰动时，处理时间不宜过长，超声强度也不宜过大，以免导致分子链断裂

1. 数据处理
2. 应用：测定分子量及其分布，，通过分子量及其分布的变化研究材料性质的变化

**DSC**

1. 差热分析（DTA），扫描的是温度差，只能定性或半定量
2. 差示扫描量热法（DSC），扫描的是功率差，可以定量分析
3. DSC通过测定功率差来反映样品热焓值的变化
4. 影响DSC测定结果的因素：变温速率、试样用量、试样粒度、测定气氛
5. DSC三项校准：基线校准、温度校准、热量校准
6. 应用
7. 测各种特征温度、转变热焓：Tg、Tm、Td、Tc、液晶清亮点等

**DSC是测定不了次级转变峰的！**

Tg、Tm的确定方法了解一下

1. 相容性的判定
2. 平衡熔点Tm0的确定
3. 研究高分子液晶：清亮点、晶型转变温度、晶型转变热等
4. 研究聚合物的冷结晶
5. 测定结晶度
6. 氧化诱导期（OIT）的测定
7. 研究聚合物的结晶动力学

等温结晶动力学

1. 课后思考题

**TGA（热重分析）**

1. 一次测试所需要的样品量：3-5mg
2. 影响测定结果因素
3. 样品量
4. 样品盘材料：碱性材料不用SiO2样品盘，能被催化加氢脱氢的化合物不宜用Pt样品盘
5. **升**温速率：不同于DSC，测试过程只是升温
6. 测试气氛
7. TG曲线，外延起始温度，失重率
8. 微商热重曲线（DTG曲线）
9. 意义：尤其是可以将各个阶段轻易分开
10. 可以得到最大失重速率所对应的温度
11. 在DTG曲线中如何把离得很近的两个峰分开？
12. 降低升温速率，提高分辨率
13. 减少样品用量，提高灵敏度
14. 应用
15. 比较不同聚合物的相对热稳定性

热分解失重的两阶模型（TG曲线在不同温度出现两次下降，表现为三个平台）：

1. PVC：第一阶段脱HCl，第二阶段发生结构重整
2. EVA：第一阶段脱醋酸，第二阶段主链断裂
3. 其本质是在不同温度下有不同的分解机理，而并非本身含两种组分
4. 研究增重现象：氧化、吸附等
5. 根据TG曲线的多段分解失重情况归属各自对应组分，剖析材料的组成

例题：

区别于（1）中的两阶模型，此处是样品含多种组分

1. 区别聚合物材料是共聚物还是共混物
2. 研究固化过程，确定最佳固化温度
3. 测定氧化诱导期（OIT）
4. 估算材料的热老化寿命
5. 研究聚合物的热降解和热氧降解动力学
6. 课后思考题

**DMTA**

1. 弹性，粘性，粘弹性
2. 静态粘弹性，动态粘弹性
3. 实模量（储能模量），虚模量（损耗模量），损耗因子（损耗角正切）
4. DMTA测试手段的意义/重要性

**相当灵敏，相比于DSC，它可以测次级松弛！**

1. DMTA与动态流变分析互补，后者应用少一些（
2. DMTA可以加载的载荷种类：拉伸、压缩、弯曲、剪切
3. DMTA的扫描模式及应用
4. 温度扫描模式
5. 获取Tg的方式（3种）
6. 所获转变温度与DSC获得的结果的比较**（尤其DMTA不能测Tm！）**
7. 温度扫描的应用
8. 测定获得聚合物的各种特征温度，如Tm、Tg、次级转变温度等
9. 评价耐热性：结晶性塑料用Tm，无定型塑料用Tg
10. 评价低温韧性：低温韧性来源于低温下的次级松弛，因此，次级松弛温度越低、峰越强，低温性能越好
11. 评价耐环境老化性能：老化时间越长，Tg越往低温区偏移，耐热性变差
12. 阻尼性能的评价

根本原因：分子内摩擦

发生作用的温域：Tg附近

用作阻尼材料的基本要求：普通阻尼材料tanδ>0.3，军工材料要>0.7

**理想阻尼材料的要求：在Tg附近，能使tanδ>0.3的温度范围越宽越好， 即，tanδ可以不太大，只要>0.3即可，但可用温域一定要宽**

1. 填料加入影响Tg的原因
2. 表征相容性
3. 频率扫描模式的应用
4. 由特征频率取倒数，可以求得各转变的特征松弛时间
5. 求某特征运动单元的活化能
6. 利用时温等效原理模拟绘制主曲线
7. 时间扫描模式的应用
8. 研究树脂等温固化的反应动力学
9. 研究聚合物与溶剂的相互作用
10. 动态应力扫描模式
11. 蠕变回复模式
12. 恒应力（TMA）模式：测得形变-温度/时间曲线
13. 课后思考题

**显微分析技术**

1. 光学显微镜
2. 极限分辨率为0.2μm，最大放大倍数为1000倍
3. 偏光显微镜（PLM / POM）
4. 观察聚合物球晶，会出现十字消光现象或者消光环
5. 观察聚合物球晶的成核情况
   1. 均相成核：有时间依赖性
   2. 异相成核：无时间依赖性
6. 观察球晶生长，研究结晶动力学
7. 观察高分子液晶的织构
8. 相差显微镜（PCM）：观察聚合物的相容性
9. 电子显微镜
10. 应用
11. 聚合物结晶形态的观察
12. 液晶织构的观察
13. 纤维表面和断面的分析
14. 微孔膜的观察
15. 观察多相体系的相态结构
16. 发泡材料的观察
17. 粘合剂作用效果的观察
18. 聚合物内部结构的观察
19. 聚合物破坏结构的观察
20. **不同电镜照片的识别与区分**
21. SEM照片类似于以前的黑白照片，场景还原度比较高，较有立体感，特别适合观察材料的表面形貌
22. TEM照片则类似于X光照片，由于是一束光透过样品，故可以观察到样品内部的情况（如有异物嵌入等）；不同厚度的地方透光能力不同，故照片有明暗之分，暗处厚度更大
23. 扫描隧道显微镜（STM）：只能观察导电样品
24. 原子力显微镜（AFM）
25. 分辨率超高，可达纳米级
26. 可在空气，水等环境中观测，得到样品在实际空间中表面的三维图像
27. 应用：可以得到材料表面在高度和维度上的信息，可用于表面结构动态过程研究
28. 可以在原子结构的尺度上操纵、移动原子
29. 课后思考题

**实验相关**

1. 关于TGA
2. TG曲线纵坐标为weight或mass，表达重量占初始值百分数的变化，而不是weight / mass loss
3. TG曲线上可以得到热分解温度Td，DTG曲线上得到分解速率最快时对应的温度
4. 关于DSC
5. DSC除了能测各种特征温度，还可以测固化度、样品纯度等
6. DSC典型的控温模式为：**升（目的：消除热历史）→恒→降→升**
7. 测Tg时，恒温一段时间后，迅速降至Tg以下冻结链段再升上来，测定升温过程中的Tg
8. 研究结晶过程时需要以一定的降温速率降温
9. 测结晶聚合物的熔点时，先降至熔点以下一个温度等温结晶，结晶完成后再升回来，即得该结晶温度下对应的Tm，多组数据作图外推可得到平衡熔点
10. 关于DMTA
11. DMTA测试时所用的载荷要求落在动态线性范围内，以免材料屈服影响测定结果。在测试前会用动态应力扫描得到一条类似于静态加载的曲线，从中找出动态线性范围，在范围内挑选合适的载荷加载试验，可以避免破坏待测材料的原有结构。
12. 与TGA、DSC不同，此二者通N2的目的为创造惰性气体氛围，保护样品不被氧化；而DMTA通N2则是为了冷却，为测试创造低温环境。
13. 关于不同模具的选择
14. 模量较小的材料：用压缩、剪切模具
15. 模量中等的材料：用单、双悬臂梁弯曲模具
16. 模量较大的材料：用较大尺寸的三悬臂梁弯曲模具
17. 上述只是一般性规律，根据实验需要和所制样品特性可以调整
18. 为了保证测试结果尽量准确，需要保证加在样品上的载荷处处相同，即四个螺钉受力要一样大。为达到这个目的，可以使用扭力扳手，它可以精确加载到设定值，到达设定值后扳手滑丝，继续转动不再加载。
19. DMTA不可以测Tm，且测试温度上限也不应该超过Tm，一般在Tm以下10℃，以防聚合物熔体流入腔体内粘住，清理不出来，损坏仪器
20. DMTA测试时间较长，一般一项测试耗时1h起，如果想要得到更详细的信息，如测次级转变，则需要把升温速率放得更慢，以提高分辨率
21. 解谱时一般看三个参数：峰高，峰宽，峰值对应的温度
22. DMTA仪器分辨率高，功能强大，测试结果稳定，既可以定性，也可以定量

**思考题参考答案**

2.衰减全反射附件（ATR）

3.KBr

4.固体：KBr研磨压片法 液体：溶液铸膜法、热熔成膜法

5.伸缩振动、变形振动

6.ABC

7.IR、DSC、DMTA

3.BC

1.B

2.B

3.D

4.C

5.C

6.IR、DSC、DMTA

7.B

1.动态机械热分析（DMTA）

2.ABCD

3.ABCD

4.表征相容性：IR、DSC、DMTA

1.D

2.D

1.（1）SEM（2）PCM（3）POM / PLM（4）POM / PLM（5）SEM / TEM（6）TGA

（7）DMTA（8）DSC / TGA / DMTA

2.（a）：（3）（12）

（b）：（2）（8）（10）

（c）：（2）（7）（9）

（d）：（1）（6）（11）

3.黏土增加，异相成核占比增多，结晶核数目增多，球晶数目增加，由于球晶生长受限，球晶尺寸减小。

4.（a）PLM / POM（b）XRD（c）IR（d）SEM（1）PLM / POM（2）TGA（3）DMTA

5.图1：（2）（7）（9） 图2：（1）（6）（11） 图3：（2）（8）（10） 图4：（3）（12）

<https://wenku.baidu.com/view/c22406bab6360b4c2e3f5727a5e9856a57122626.html>

**祝大家顺利通过考试，取得好成绩！**