

微 量 粘 度 計

張 德 餘

(中国科学院化学研究所)

在分子的研究工作中往往需要測定微量样品的特性粘数。例如,在用吸附色层^[1], 陡度淋洗^[2], 薄膜溶解^[3] 以及区域融化^[4] 等各种原理或技术进行分級实验时, 所获得的每一級分的重量約在 0.01—0.05 克左右, 很难使用一般的毛细管粘度計来測定。Johnson^[5] 与 Harts^[6] 曾介紹两种 Zeitfuch 型的微量粘度計, 可是它們与 Ostwald 型粘度計有相同的缺点, 每次測定的液体量都必须保持恆定。作者設計了一种容量为 1 毫升的微量粘度計, 它保持了 Ubbelohde 气承悬柱型粘度計的一些基本特点^[7], 而又能使样品的溶解与过滤过程在粘度計中进行, 簡化了操作步驟。作者等^[8] 曾报导过用一个溶液的粘度測定来計算 $[\eta]$ 的方法, 因此这种粘度計仅考虑供一个浓度的溶液粘度測定。

粘度計如图 1。毛細管 D 的长度及內径可以 1 毫升待測溶劑在其中的流出時間約在 40~60 秒作为选择标准。毛細管被弯成 U 形使粘度計的高度适中，便于操作。B 管(包括 G, H 二球及 D, E 两段毛細管)的总容量应不超过 1 毫升, 而 A 管自 I 至 J 間的容量应大于 1.5 毫升。在使用粘度計前, 先将少量长度約为 2 厘米的玻璃棉放于 A 管中, 用玻璃棒推至 J 处使成厚度約为 1.5 厘米的滤过层。粘度計用洗液, 蒸餾水及丙酮各浸洗数次, 烘干待用。

将高聚物样品約 5—25 毫克(視高聚物的类型与分子量的大小而定)放入粘度計中 J 处。注入一定量(約 1 克)的溶劑, 用磨口塞盖住 A 口, 另用一小段橡皮管连接 B 与 C 口。待样品在封閉的粘度計中全部溶解后, 用注射器自 C 管中压入小量空气, 使溶液搅拌均匀, 即可进行測定。測定結束后可用金属絲将玻璃棉鈎出, 在下次測定时換以新的玻璃棉。

一般粘度法所用的溶液浓度(C)都以克/毫升为单位。在微量粘度計中配制溶液时, 高聚物与溶劑都以重量称量比較精确, 因此溶液的浓度(C_w), 克/克, 可以按下式換算为 C, 克/毫升:

$$C_w = \frac{W_P}{W_S}$$

$$C = \frac{W_P}{V} = \frac{W_P \cdot \rho}{W_S + W_P} = \frac{W_P}{W_S + W_P} \left(\rho_0 + \frac{\partial \rho}{\partial C_w} C_w \right)$$

$$= \frac{C_w}{1 + C_w} \left(\rho_0 + \frac{\partial \rho}{\partial C_w} C_w \right) = C_w \left[\rho_0 - \left(\rho_0 - \frac{\partial \rho}{\partial C_w} \right) C_w \right]$$

此处 W_P 与 W_S 为高聚物和溶劑的重量, V 为溶液的体积, ρ_0 与 ρ 为溶劑和溶液的密度。上式中 $\left(\rho_0 - \frac{\partial \rho}{\partial C_w} \right) C_w$ 約为 0.001 数量級, 在一般測定中可以忽視, 因此 $C \cong C_w \cdot \rho_0$ 。

参 考 文 献

- [1] S. J. Yeh and H. L. Frisch, J. Polymer Sci. 27, 149(1958).
- [2] C. A. Baker and R. J. P. Williams, J. Chem. Soc. 2352 (1956).
- [3] O. Fuchs, Makromol. Chem. 5, 245 (1951); 7, 259 (1951).
- [4] F. W. Peaker and J. C. Robb, Nature, 182, 1591 (1958).
- [5] J. F. Johnson, R. L. Le Tourneaw and R. Matteson, Anal. Chem. 24, 1505 (1952).
- [6] V. E. Harts, J. Polymer Sci. 17, 207 (1955).
- [7] L. Ubbelohde, Ind Eng. Chem. Anal. Ed. 9, 85 (1937).
- [8] 錢人元, 張德蘇, 高分子通訊 1, 47 (1957).

勘 誤

本刊 3 卷 1 期第 11 頁参考文献[43]应改正为:

[43] Shih-Yen Chang and Herbert Morawetz: Polymer association III. Molecular aggregation and intramolecular group association in dilute solutions of styrene-methacrylic acid copolymers; J. Physical Chemistry 60, 782—6 (1956); C. A. 50, 17528 (1956).