

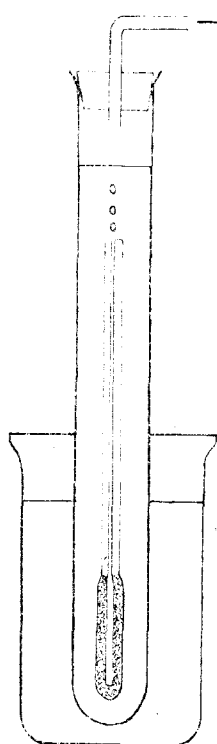
管形熔結玻璃滲透計用半透膜的製備

余 世 誠

(中國科學院化學研究所)

管形熔結玻璃滲透計^[1, 2]用的再生纖維素半透膜, 可按下法製備:

滲透計經洗淨後, 將下端熔結玻璃部分用 5% 硝化纖維素溶液浸塗, 溶劑是無水乙醇和乙醚 1:1 體積比, 加 5% 乙二醇乙醚 (cellosolve)。滲透計浸入一次取出後, 保持水平用手不停地旋轉, 使溶液均勻地分佈於熔結玻璃的表面, 在空氣中待溶劑略揮發, 再塗第二次, 在塗膜時可在毛細管之另一端套一橡皮管, 用夾子夾住, 防止溶液進入熔結玻璃內部和毛細管, 浸塗適當的厚度約須 10—15 次, 然後外加套管保護進行脫硝基, 脫硝基溶液^[3]用 900 毫升 5N 氫氧化銨, 100 毫升乙醇, 通硫化氫至飽和, 將滲透計浸入脫硝基溶液 24 小時, 取出用水漂乾淨至沒有硫化氫氣味和不帶黃色, 在沸水中熱處理 2 小時, 然後分別按次序移入下列溶劑: (1) 水與乙醇 (1:1 體積比), (2) 乙醇, (3) 乙醇與測定用的溶劑 (1:1 體積比), (4) 測定用的溶劑。每種溶劑的浸洗時間 2—4 小時, 更換溶劑時膜發生收縮, 就緊密地貼在熔結玻璃上。在製膜時需注意下列各點:



(1) 浸塗硝化纖維素溶液時熔結玻璃的表面必須塗得均勻, 不能有氣泡, 不然易於破裂。

(2) 吹製滲透計用的熔結玻璃筒要經過選擇, 必須細緻緊密。塗膜的硝化纖維素溶液的濃度不宜太高, 否則不易均勻。

(3) 膜的厚度要控制適當, 太薄則易破, 過厚則滲透速度慢。

(4) 脫硝基和更換溶劑時, 必須外加套管保護, 以防止摩擦而引起破裂。

(5) 移入測定用的溶劑中如有苯時, 膜呈透明, 有時微帶黃色, 不能任其乾燥, 也不能遇到水, 否則就失去滲透性。

在測定高聚物的分子量時, 膜內置溶劑, 膜外置高聚物溶液, 與一般的滲透壓測定正好倒過來, 灌注溶劑時可用水泵或壓縮空氣將溶劑抽入滲透計, 抽氣時試管內溶劑的液面高度要淹沒毛細管, 防止膜被抽破。熔結玻璃上所吸附的氣體, 可在 60°C 的水浴中加熱驅除之, 如圖所示。

用上述的滲透計和半透膜, 30°C 時測定一個聚甲基丙烯酸甲酯的級分 ($T_7^{\frac{2}{3}}$ $P_3^{\frac{2}{3}}$) 在苯溶液中的滲透壓, 所得結果如右表。

濃 度 $C \times 10^2$ 克/毫升	h 厘米	π/C	$(\pi/C)_0$	$\bar{M}_n \times 10^{-4}$
0.083	0.47	491	470	5.47
0.167	1.02	530		
0.243	1.60	571		
0.334	2.30	599		

用 Zimm—Meyerson 式的滲透計和玻璃紙膜^[4]測定同一試樣, 所得 $\bar{M}_n = 5.20 \times 10^4$ 。

參 考 文 獻

- [1] 錢人元等: 高聚物的分子量測定, 科學出版社, 1958, 65 頁。
- [2] 錢人元、秦汶、何寶俊、程鎔時, 化學學報, **24**, 223 (1958)。
- [3] R. E. Montanna and L. T. Jilk, J. Phys. Chem., **45**, 1374 (1941)。
- [4] 錢人元、秦汶、程鎔時, 化學學報, **22**, 249 (1956)。