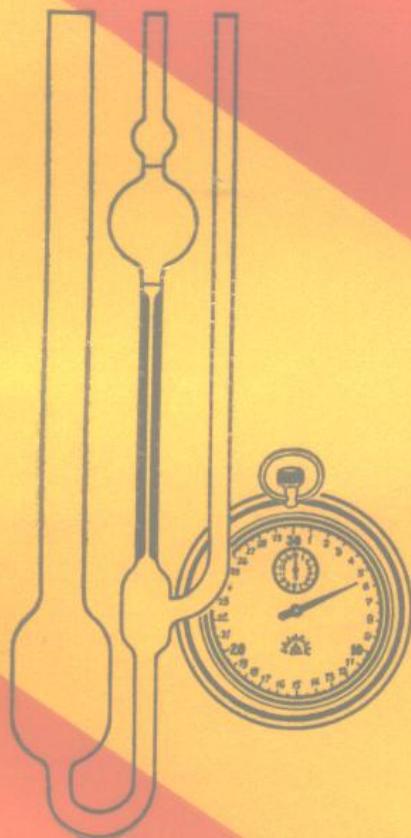


# 胶体与界面化学实验

北京大学化学系胶体化学教研室



0648

B620

370236

# 胶体与界面化学实验

北京大学化学系 胶体化学教研室



北京大学出版社

370260



新登字(京)159号

胶体与界面化学实验

北京大学化学系 胶体化学教研室

责任编辑：赵学范

\*

北京大学出版社出版发行

(北京大学校内 邮编：100871)

北京大学印刷厂印刷

各地新华书店经售

\*

850×1168毫米 32开本 11,375印张 296千字

1993年7月第一版 1993年7月第一次印刷

印数：00001—3,000册

ISBN 7-301-02102-X/O·315

定价：10.90 元

## 内 容 简 介

本书是北京大学化学系胶体化学教研室在多年教学和科研经验的基础上编写而成的。全书共包括44个实验，内容涉及液体的表面性质，固体对气体和自溶液的吸附，润湿作用，分散体系的动力性质、光学性质、流变性质、电学性质及几种实用胶体体系的基本性质等。所列实验内容和装置大多适合我国高校和科研单位条件；部分实验难度较大，可供程度较高的本科生和研究生选做。书中还有胶体与界面化学常用仪器和方法的介绍，书后列出多种常用数据表。本书可作为高等学校化学专业本科生和研究生的教学用书，也可供有关科研单位和工厂实验室科技人员参考。

## 前　　言

胶体与界面化学是研究分散体系及各种界面现象的科学，它的应用涉及科学技术的许多领域。深入学习和正确掌握胶体与界面化学的理论和实验方法对于开展生命科学、新材料和能源开发的研究，对于促进工农生产和国防现代化建设都有重要意义。

北京大学化学系胶体化学教研室自50年代起就为大学本科生开设基础胶体化学实验和胶体与界面化学专门化实验，并在胶体化学的许多领域开展了科学的研究工作，卅多年来积累了一定的教学、科研经验和成果。在有协作与交流关系的兄弟单位中，多有要求我们编写胶体化学实验方法的反映。本书就是应社会和教学工作之需，在历年实验讲义和教学、科研工作经验的基础上编写的。

本书包括44个实验，内容涉及液体的表面性质，固体对气体和自溶液中的吸附，润湿作用，分散体系的动力性质、光学性质、流变性质、电学性质以及几种实用胶体体系的基本性质等。大部分实验的内容分为实验目的、基本原理、仪器药品、实验步骤、数据处理和参考资料等部分，对基本原理的介绍着重于与实验内容有关的基本概念和公式的叙述，力求简明扼要。各实验尽可能选用国产或自装仪器，对一些通用仪器在有关实验后作为附录予以较详细介绍。本书所列实验大多为本教研室教学实践的积累，内容和所用设备适合我国大多数高校和科研单位的实际条件；还有一部分实验是由科研工作演化而成，有的实验内容较新，难度较大，可供水平较高的本科生和研究生选做；个别实验选译自国外院校的实验讲义。附录部分列有多种对胶体与界面化学实验和科研工作有用的数据表。

本书的编成是本教研室同志多年集体劳动的结果。本书主要由赵振国、吴佩强、羌笛编写。参加编写的还有李外郎、覃守凤。全书最后由赵振国、吴佩强统稿。部分内容请马季铭、杨锡尧等同志审阅。北京大学出版社赵学范同志对本书的出版给予很大的帮助，在此一并致谢。

由于编者水平所限，本书内容和文字上都可能有错误和不当之处，敬请读者指正。

编 者  
1992.秋

# 目 录

## 实 验

实验 1	毛细上升法测定液体的表面张力 .....	(1)
实验 2	滴体积法测定液体的表面张力和溶液 表面吸附.....	(7)
实验 3	滴外形法测定油-水界面张力和油-水 界面吸附量的计算 .....	(13)
实验 4	最大气泡压力法测定溶液表面吸附等温 线 .....	(19)
实验 5	不溶物单分子膜分子面积的估测和 $\pi$ -A 等温线的测定 .....	(25)
	实验5-1 不溶物单分子膜分子面积的估测 .....	(27)
	实验5-2 不溶物单分子膜 $\pi$ -A 等温线的测定.....	(29)
实验 6	不溶物单分子膜的流变性质 .....	(34)
实验 7	电导法和染料法测定表面活性剂临界 胶束浓度.....	(45)
	实验7-1 电导法测定表面活性剂临界胶束浓度.....	(47)
	实验7-2 染料法测定表面活性剂临界胶束浓度.....	(49)
实验 8	电解质对表面活性剂临界胶束浓度的 影响 .....	(56)
实验 9	增溶作用的测定 .....	(59)
实验10	活性炭和硅胶的实验室制备 .....	(66)
实验11	气相色谱法测定固体表面的吸附热 .....	(70)
实验12	四氯化碳法测定孔性固体比孔容 .....	(75)
实验13	BET 容量法测定固体比表面 .....	(79)

实验14	流动色谱法测定固体比表面	(96)
实验15	迎头色谱法测定固体比表面	(103)
实验16	常压流动法测定固体比表面	(109)
实验17	蒸气吸附重量法测定吸附剂的孔径分布	(113)
实验18	活性炭自水溶液中吸附正丁醇	(122)
实验19	活性炭自水溶液中吸附脂肪酸——Traube 规则的验证	(130)
实验20	活性炭自水溶液中吸附芳香化合物 —— D-R 方程的验证	(133)
实验21	染料吸附法测定固体比表面	(146)
实验22	接触角的测量	(151)
实验23	粉末接触角的测定	(157)
实验24	滴高法测定液体在固体表面上的铺展 系数	(161)
实验25	低能固体表面润湿临界表面张力的测定	(166)
实验26	高聚物表面能的测算	(173)
实验27	浊度法测定乳状液液珠粒子的大小	(178)
实验28	沉降分析法测定 $\text{CaCO}_3$ 粒子大小及分布	(186)
实验29	光学显微镜与电子显微镜法测定胶体 粒子大小与分布	(193)
实验30	光散射法测定胶束的聚集数	(202)
实验31	光子相关谱（动态光散射）测定硅溶胶的 扩散系数和平均流体力学半径	(210)
实验32	渗透压法测定大分子化合物的分子量	(219)
实验33	粘度法测定大分子化合物的分子量	(225)
实验34	浓胶体分散体系流变性质的测定	(232)
实验35	界面电泳法测定 $\text{AgI}$ 溶胶的电动电势	(240)
实验36	显微电泳法测定质点的电泳速度	(246)
实验37	流动电势法测定非胶体分散体的电势	(254)

实验38	溶胶的制备及稳定性	(258)
实验39	乳状液的制备和性质	(268)
实验40	微小乳状液的制备和粒子大小的测定	(279)
实验41	微乳状液的制备和粒子大小的测定	(289)
实验42	凝胶的制备和性质	(295)
实验43	明胶等电点的测定与明胶软胶的吸水膨胀	(300)
实验44	温度和压力对泡沫稳定性的影响	(309)

## 仪 器

协合表(界)面粘弹性测定仪(实验6)	(42)
电导率仪(实验7)	(52)
72型分光光度计(实验9)	(62)
真空的获得与测量(实验13)	(87)
高压气体钢瓶的使用(实验14)	(100)
测高仪的使用(实验17)	(119)
实验室用干涉仪(实验18)	(126)
751型紫外可见分光光度计(实验20)	(137)
752C型紫外可见分光光度计(实验20)	(140)
JJC-1润湿角测量仪(实验22)	(154)
环法表面张力测定仪(实验25)	(169)
PG-21型光散射光度计(实验30)	(205)
激光光散射谱仪(实验31)	(214)
Stormer转筒粘度计(实验34)	(236)
电视显微电泳仪(实验36)	(249)
光学显微镜(实验39)	(276)
CAPA-500型粒度分布测定仪(实验40)	(286)
PHS-10A数字酸度计(实验43)	(304)

## 附录

附录 1	中华人民共和国法定计量单位	(316)
附录 2	部分法定计量单位与非法定计量单位 换算表	(320)
附录 3	常用物理常数表	(321)
附录 4	不同温度时水的密度、粘度及与空气 界面上的表面张力	(322)
附录 5	不同温度时某些液体的密度	(323)
附录 6	不同温度时某些液体的粘度	(324)
附录 7	不同温度时某些液体的表面张力	(325)
附录 8	彼此互相饱和时两种液体的界面张力	(326)
附录 9	不同温度时 KCl 水溶液的电导率	(327)
附录 10	某些表面活性剂的临界胶束浓度	(328)
附录 11	某些表面活性剂的 HLB 值	(331)
附录 12	滴体积法测定表面张力的校正因子 $F$ 数值表	(333)
附录 13	环法测定表面张力的校正因子 $F$ 数值表	(336)
附录 14	躺滴法 $a^2/x_e^2 - z_e/x_e$ 表	(342)
附录 15	氮和氧的饱和蒸气压 (77—84K)	(347)
附录 16	$N_2$ 吸附的 $P/P_0-S/V$ 表 ( $-195^\circ C$ )	(348)
附录 17	$CCl_4$ 的相对压力 $P/P_0$ 与发生毛细凝结的 最大孔半径 $r$ 关系表	(348)
附录 18	光散射系数 $K$	(349)

## 索引

——本书选用的实验方法、实验装置和仪器	(352)
---------------------	-------

# 实验1 毛细上升法测定液体的表面张力

## 【实验目的】

学习 Laplace 公式；掌握毛细上升法测定液体表面张力的原理和方法；用毛细上升法测定纯水、苯的表面张力及温度对表面张力的影响；用毛细高差法测定氯化钠水溶液的表面张力。

## 【基本原理】

毛细上升法是测定液体表面张力的一种绝对方法，它所用仪器简单，所得结果相当精确。

在液体表面张力的作用下，弯曲液面承受一定的附加压力。当一毛细管插入能完全润湿其管壁的液体中 ( $\theta = 0^\circ$ ) 管中液面呈凹液面状。若毛细管半径很小，弯月面近似为半球形，弯月面半径与毛细管半径相等。此时凹液面上方压力将大于凹液面下的压力，此压差  $\Delta P$  用 Laplace 公式表示为

$$\Delta P = 2\gamma/r \quad (1)$$

式中： $\gamma$  是液体的表面张力， $r$  为毛细管半径（也是凹液面曲率半径）。在此压差作用下毛细管中液面将上升一定高度  $h$  方能达到平衡。显然，达到平衡时

$$\Delta P = 2\gamma/r = \Delta\rho gh$$

$\Delta\rho$  是弯液面两边的密度差， $g$  为重力加速度。由上式可得

$$\gamma = \frac{1}{2}\Delta\rho g h r \quad (2)$$

这就是毛细上升法测定液体表面张力的基本公式。

若液体不能完全润湿毛细管壁，即有一定的接触角 $\theta$ ，则上式应写作

$$\gamma = \frac{\Delta \rho g h}{2 \cos \theta} \quad (3)$$

当精确测定时不能忽略弯月面部分的体积，故而须对液柱高度予以校正。设弯月面部分的液体相当于 $h'$ 高度，弯月面下液柱高为 $h_0$ ，则总液柱高度 $h$ 为

$$h = h_0 + h'$$

若毛细管很细（对于水，当 $r < 0.2\text{mm}$ 时）， $h' = r/3$ ；若毛细管不太细，但仍 $< 1\text{mm}$ 时

$$h = h_0 + r/3 - 0.1288(r^2/h_0) + 0.1312(r^3/h_0^2) \quad (4)$$

因此，精确测定时应将(2)、(3)式中的 $h$ 用(4)式之 $h$ 代替。

应用毛细上升法测定液体表面张力，最重要的是固-液接触角最好是 $0^\circ$ ，否则因接触角的滞后作用难以得到准确的结果。这就是说，式(3)在实际应用时是有困难的。此外，毛细管要干净和均匀。半径不均匀的毛细管虽并非不能使用，但其实际操作比较麻烦。

测定毛细上升高度，必确定管外液面的参考位置，有时这一操作比较困难。为此，可用两根半径分别为 $r_1$ 和 $r_2$  ( $r_1 < r_2$ ) 的毛细管插入密度为 $\rho$ 的同一液体中，若设在此二管中毛细上升高度分别应为 $h_1$ 和 $h_2$ ，显然应有

$$\gamma = \frac{1}{2}r_1h_1 \quad \rho g = \frac{1}{2}r_2h_2 \quad \rho g$$

即

$$\gamma = \frac{(h_1 - h_2)\rho gr_1r_2}{2(r_2 - r_1)} = \frac{\rho gr_1r_2 \Delta h}{2 \Delta r} \quad (5)$$

式中： $\Delta h$  即为在二毛细管中液柱升高的高度差。这样，只须测定在二毛细管中液柱高差即可求得表面张力值，这种方法可称为毛

细高差法。

若将上述两根毛细管先插入已知表面张力为 $\gamma_0$ 的液体中测出其液柱上升高度差为 $\Delta h_0$ , 再将二毛细管插入未知表面张力的液体中测出液柱高差为 $\Delta h$ . 设该液体的表面张力为 $\gamma$ , 应用式(5), 可得

$$\gamma = \frac{\rho}{\rho_0} \frac{\Delta h}{\Delta h_0} \gamma_0 \quad (6)$$

式中,  $\rho_0$  和  $\rho$  分别为已知和未知表面张力液体的密度。

由(6)式可知, 这一方法不必测定毛细管半径的确切数值, 但毛细管应仍是均匀的。

利用毛细高差法测定时液柱弯月面部分液体相当的高度仍可以(4)式校正。

### 【仪器药品】

恒温槽, 读数显微镜, 测高仪。

毛细管, 光学玻璃液槽, 针筒, 乳胶管。

重蒸水, 重蒸苯, 氯化钠(AR 级), 汞。

### 【实验步骤】

#### 1. 毛细管半径的测量

选取一根长约 10cm, 孔直径约为 0.2—1mm 的厚壁毛细管, 用热洗液洗净抽干, 用针筒使毛细管内吸入约 1cm 长的汞柱, 将此管放在一有与毛细管外径相近大小圆槽的平板上, 槽边标有刻度。用读数显微镜测量汞柱长度, 轻轻移动汞柱在毛细管中的位置, 再测量汞柱长度。用此方法将汞柱自毛细管一端移向另一端, 量取各不同位置时汞柱的长度。如果不同位置时所测汞柱长度很接近, 说明毛细管直径均匀, 可依下式计算毛细孔半径  $r$ 。若汞柱长度相差太大, 则一般将此管舍去不用, 也可按下式计算出不同位置时毛细管半径值, 作出半径与离毛细管某一端点距离的校正

曲线在实际测定时使用。测量完毕后，精确称量管中汞的质量。

$$r = \sqrt{\frac{m(1 + 0.00018t)}{13.596\pi l}} \quad (7)$$

式中： $m$  为管中汞的质量， $l$  为汞柱长度， $t$  为实验时的温度(℃)。

为避免汞的意外散落，测量应在一大托盘中进行。

## 2. 毛细上升法测定水和苯的表面张力

毛细上升法测表面张力示意如图 1-1 所示。将毛细管和光学玻璃液槽先后用热洗液、水、蒸馏水、重蒸水洗净。向光学玻璃液槽内倒入一定体积的待测重蒸水(应取新蒸出不久的水)。将液槽放入恒温槽中，并调至水平。将毛细管垂直插入液槽中之重蒸水内(先插深些，然后再将毛细管稍稍升高，使管中液面自上而下退到平衡位置)，待温度平衡后用测高仪测量出毛细上升的液柱高度  $h_0$ (测高仪的使用参见实验 17 附录)。在每一温度下至少测量 2 次，若数据差别太多(如超过 0.1mm)，说明毛细管不干净，应重新洗涤和测定。

依上法分别测定水和苯在 20、30 和 40℃ 时的毛细上升高度。

## 3. 毛细高差法测定氯化钠水溶液的表面张力

毛细高差法测定液体表面张力示意如图 1-2 所示。

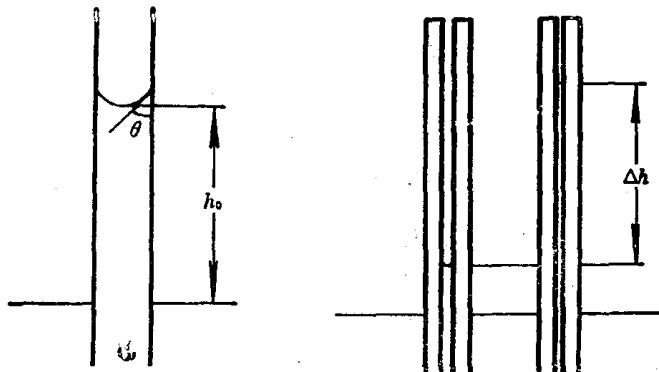


图1-1 毛细上升法测定  
表面张力示意图

图1-2 毛细高差法测定表面  
张力示意图

选择两根半径不同的毛细管（如一根半径为 0.1mm，另一根为 0.6mm）洗净，垂直插入盛有重蒸水的光学玻璃液槽中，待温度和毛细上升高度平衡后，用测高仪测定两管中液面高度差。

按相同方法测量相同温度下 0.5、1.0、2.0、3.0 和 4.0 mol · l<sup>-1</sup> 浓度的氯化钠水溶液的毛细高差。

### 【结果处理】

1. 用表列出选用的 3 根毛细管以一端为起点不同位置相同量汞的汞柱长度，并依(7)式计算出毛细管半径。

2. 根据测出的水和苯在 20、30 和 40°C 的毛细上升高度  $h_0$ ，依式(2)和(4)计算出不同温度下的表面张力值，与文献值比较。作表面张力与温度关系线，得出表面张力随温度的变化率。

3. 视实验温度下水的表面张力为已知值  $\gamma_0$ ，根据测出的水的毛细高差值  $\Delta h_0$  和不同浓度时氯化钠水溶液的高差值  $\Delta h$  依式(6)计算各氯化钠水溶液的表面张力，并作表面张力与浓度关系图。讨论所得结果。

氯化钠水溶液的密度如表 1-1 所示。

表1-1 NaCl 水溶液密度

密度 $\rho$ g · cm <sup>-3</sup>	质量分数 m%	浓 度 c		密度 $\rho$ g · cm <sup>-3</sup>	质量分数 m%	浓 度 c	
		mol · l <sup>-1</sup>	g · l <sup>-1</sup>			mol · l <sup>-1</sup>	g · l <sup>-1</sup>
1.005	1	0.1720	10.05	1.101	14	2.636	154.1
1.012	2	0.3464	20.25	1.116	16	3.055	178.5
1.027	4	0.7026	41.07	1.132	18	3.485	203.7
1.041	6	1.069	62.47	1.148	20	3.927	229.5
1.056	8	1.445	84.47	1.164	22	4.380	256.0
1.071	10	1.831	107.1	1.180	24	4.864	283.2
1.086	12	2.228	130.2	1.197	26	5.325	311.2

注：本表引自 Артеменко, А.И 等编 “Справочное руководство по химии” Высшая Школа, Москва, 1990.

## 【参考资料】

- [1] Harkins, W.D., Alexander,A.E., in "Technique of Organic Chemistry", (ed. Weissberger, A.) vol. I, Part I, Interscience Publishers Inc., New York (1959).
- [2] Adamson, A.W., "Physical Chemistry of Surfaces", 3rd ed., New York (1976).
- [3] "Advanced Practical Physical Chemistry" (University of Bradford) vol. I.
- [4] Wilson, J.M., Newcombe, R.J., Demaro, A.R., Rickett, R.M.W., "Experiments in Physical Chemistry", Pergamon Press, London (1962).
- [5] 周祖康, 顾惕人, 马季铭, "胶体化学基础", 北京大学出版社 (1987)。

## 实验2 滴体积法测定液体的表面张力 和溶液表面吸附

### 【实验目的】

学习 Gibbs 公式及其应用；掌握滴体积法测定液体表面张力的原理和方法；测定水的表面张力及溴化十六烷基三甲铵水溶液表面吸附等温线。

### 【基本原理】

处于液体表面上的分子与在体相内的分子受力情况不同。在液体内部，分子间距离很小，吸引力很大，但它们可互相抵消。在表面上的分子没有被其它分子完全包围，故吸引力不能完全抵消，因而净受到一垂直指向液体内部的吸引力，在此力作用下液面有自行缩小的趋势。换言之，欲使液面扩大，需对体系做功。增加单位面积，对体系做的可逆功称为表面张力或表面（过剩）自由能，单位是  $J \cdot m^{-2}$ ，它与  $N \cdot m^{-1}$  在因次上是相同的。

纯液体的表面张力是温度和压力的函数，溶液的表面张力则还与溶液组成有关。水溶液的表面张力与其组成的关系大致有 3 种情况：① 随溶质浓度增加表面张力略有升高；② 随溶质浓度增加表面张力降低，且开始时降得快些；③ 溶质浓度低时表面张力就急剧下降，至某一浓度后表面张力几乎不再改变。以上 3 种情况溶质在表面上的浓度与体相中的都不相同，这种现象称为溶液表面吸附。

Gibbs 用热力学方法得出了在一定温度  $T$  时溶质的表面吸附量  $\Gamma_2^{(1)}$ （或称表面过剩、表面浓度）与溶液的表面张力  $\gamma$ 、活度