

理化分析测试指南

非金属材料部分

高聚物材料分析技术分册

国防工业出版社

内 容 简 介

本书主要介绍高聚物材料及其部分原材料的标准分析方法，深入浅出地介绍了现代仪器分析的基本知识及其在高聚物分析中的应用。全书共分三篇。第一篇：通用分析方法，集中介绍高聚物材料的物理、化学特性的测定，以及水的分析。第二篇：各类材料分析方法，包括合成树脂与塑料，胶粘剂，涂料，主要单体和常用助剂等近百种材料的分析。第三篇：仪器分析简介，主要介绍红外吸收光谱、紫外-可见吸收光谱、气相色谱和凝胶渗透色谱的基本原理、实验技术与应用实例。扼要介绍核磁共振波谱、质谱、光电子能谱、电子显微镜、热分析、X-射线衍射的基本知识与应用。

本书可供科研与生产部门从事高聚物材料化学分析和研究人员参考，亦可作为分析化学培训班的培训教材。

理化分析测试指南

非金属材料部分

高聚物材料分析技术分册

陈南勋 于 明 蒋文钧 等编著
袁正达 范桂珍 张盛英

*

国防工业出版社出版、发行

(北京市车公庄西路老虎庙七号)

新华书店经售

国防工业出版社印刷厂印刷

*

787×1092 1/16 印张 42 987千字

1988年12月第一版 1988年12月第一次印刷 印数：0,001—2,000册

ISBN 7-118-00066-3/TQ4 定价：25.30元

前 言

随着祖国四个现代化建设的飞速发展和科学技术的进步，高聚物材料在国民经济中的应用范围越来越广泛。大至飞机军舰，小至锅碗瓢盆，其用途几乎无所不包，为其它任何材料所不及。目前，这一应用发展趋势正在由量的发展向质的发展方向变化，由代用材料向主要结构材料方面发展，其发展前途不可估量。

在这突飞猛进的形势下，必须加强高聚物材料化学分析工作，这不仅是研究和发展新型材料的需要，同时也是高聚物材料应用和产品质量控制等方面的迫切需要。为此，除了加强高聚物分析技术的基础性研究以外，还必须大力提高广大材料分析工作者的业务水平和技术操作能力。然而，目前国内有关这方面的专著太少，系统地介绍高聚物材料分析技术原理及其国内外最新标准方法的书籍几乎没有。为了满足广大高聚物材料分析工作者特别是中小型工厂理化室的迫切需要，编写了这本既有通俗理论，又系统介绍国内外先进分析测试标准方法的书籍。

本书是由张盛英工程师负责规划及最后审定的“理化分析测试指南”丛中非金属材料部分的高聚物材料分析技术分册。本分册主要介绍高聚物及其主要原材料的分析方法。为开阔分析工作者的思路，增加新知识，还简要介绍了高聚物仪器分析方法的基本原理和操作技术。在篇、章、节的安排上，为避免重复，将一些通用的分析方法作为第一篇集中介绍，包括物理特性的测定，化学特性的测定和水的测定。第二篇以材料类别与品种为序，逐章介绍合成树脂与塑料、胶粘剂、涂料、主要单体、常用助剂的分析方法。第三篇是仪器分析简介，分章介绍红外吸收光谱法，紫外与可见吸收光谱法，气相色谱法和凝胶渗透色谱法的基本原理、实验技术与应用实例。最后一章深入浅出地扼要介绍质谱、核磁共振波谱、光电子能谱、透射电镜与扫描电镜、热分析、X-射线衍射等现代仪器分析方法。在内容安排上，以第二篇为重点。每章涉及一种或一组材料，开头都提供有关材料的性能、制造和应用的主要情况，以及它们的化学结构。接着是方法原理，通过反应方程式简明扼要地说明方法所依据的基本原理。然后是操作步骤，以国内外先进标准方法为依据，详细介绍所需仪器与试剂，操作条件、步骤与计算方法，力戒照抄照搬，主要突出方法要点。最后是方法说明或注意事项。主要讨论方法的适用范围和影响分析精度的重要因素。编著者力图通过上述四个方面的介绍，使读者对所分析的对象和分析方法有一全面的了解，从而能据此开展分析测试工作。

本书由五三研究所组织编写和审核，参加单位有五四研究所和234厂。参加编写的有于明、陈南勋、蒋文钧、袁正达、范桂珍、张盛英等工程师，由陈南勋、于明任主编。蒋文钧参加了部分文稿的审校工作。

在编写过程中还得到邬怀仁、千知化等工程师的支持与指导，以及5727厂、844厂、743厂等几十个厂、所理化室的热情支持，有的并为本书的编写提供了参考素材，在此表示深切的感谢。同时对参加本书缮写和描图工作的尤玉升、毛如增、裘理仁、周门增、王曼霞、包花善、卢静等同志表示感谢。

由于编著者水平有限，时间仓促，肯定会有不少缺点和错误，敬请读者予以指正。

编 者

1986年12月

目 录

第一篇 通用分析方法

第一章 物理特性的测定 1	第四节 羟值87
第一节 密度..... 1	第五节 环氧值92
第二节 软化点和熔点.....17	第六节 胺值100
第三节 折射率.....26	第三章 水的测定102
第四节 色度.....31	第一节 概述.....102
第五节 溶解性.....34	第二节 干燥法.....102
第六节 粘度.....39	第三节 共沸蒸馏法.....103
第二章 化学特性的测定77	第四节 卡尔费休法.....105
第一节 酸值.....77	第五节 测压法.....114
第二节 皂化值.....80	第六节 气相色谱法.....116
第三节 碘值.....84	

第二篇 各类材料分析方法

第四章 合成树脂与塑料的分析126	强塑料280
第一节 酚醛树脂.....126	第五章 胶粘剂的分析285
第二节 氨基树脂.....134	第一节 概述.....285
第三节 E型环氧树脂.....140	第二节 胶粘剂的分析.....286
第四节 聚酯树脂.....145	第三节 常用固化剂的分析.....296
第五节 环氧化物合成聚醚.....156	第六章 涂料的分析306
第六节 聚甲醛.....163	第一节 概述.....306
第七节 聚烯烃.....166	第二节 溶剂型涂料.....307
第八节 聚苯乙烯和苯乙烯共 聚物.....173	第三节 水性涂料.....316
第九节 聚丙烯酸衍生物.....185	第四节 粉末涂料.....324
第十节 聚醋酸乙烯酯.....194	第七章 单体的分析327
第十一节 聚乙烯醇.....199	第一节 甲醛溶液.....327
第十二节 聚乙烯醇缩醛.....203	第二节 苯酚.....344
第十三节 含氯烯烃聚合物.....211	第三节 三混甲酚.....348
第十四节 氟树脂.....226	第四节 对叔丁酚.....360
第十五节 聚酰胺.....230	第五节 双酚A.....363
第十六节 聚氨酯.....241	第六节 苯胺.....365
第十七节 纤维素衍生物.....249	第七节 三聚氰胺.....369
第十八节 玻璃纤维和碳纤维增 强塑料.....280	第八节 尿素.....372
	第九节 多元酸酐.....381

第十节 乙二醇和多元醇	388	第五节 三乙醇胺	464
第十一节 苯乙烯	403	第六节 偶氮二异丁腈	467
第十二节 丙烯酸及其衍生物	415	第七节 B201偶联剂	468
第十三节 己内酰胺	426	第八节 B302偶联剂	469
第十四节 甲苯二异氰酸酯	431	第九节 玻璃纤维制品	471
第十五节 甲基氯硅烷	436	第十节 轻质氧化镁	483
第十六节 苯基氯硅烷	441	第十一节 涂料炭黑	487
第十七节 环氧丙烷	443	第十二节 锌钡白	489
第十八节 植物油	446	第十三节 二氧化钛	494
第八章 常用助剂的分析	450	第十四节 氧化铁红	497
第一节 邻苯二甲酸二丁酯	450	第十五节 氧化铬绿	499
第二节 癸二酸二辛酯	456	第十六节 酞青蓝	501
第三节 磷酸三甲苯酯	457	第十七节 铅铬黄	502
第四节 二乙醇胺	460		

第三篇 仪器分析简介

第九章 红外吸收光谱法	503	第三节 凝胶渗透色谱法的应用	585
第一节 基本原理	503	第十三章 其他仪器分析法	595
第二节 实验技术	506	第一节 核磁共振波谱法	595
第三节 红外吸收光谱法的应用	513	第二节 质谱法	601
第十章 紫外-可见吸收光谱法	528	第三节 光电子能谱法	607
第一节 基本原理	528	第四节 电子显微镜	614
第二节 实验技术	531	第五节 热分析法	624
第三节 紫外-可见吸收光谱法 在高聚物材料分析中的 应用	539	第六节 X-射线衍射法	630
第十一章 气相色谱法	549	附录	637
第一节 基本原理	549	附录一 标准溶液的配制与标定	637
第二节 实验技术	553	附录二 标准溶液浓度的一升量 值温度补正值表	648
第三节 气相色谱法的应用	563	附录三 pH标准溶液	649
第十二章 凝胶渗透色谱法	574	附录四 指示剂溶液的制备	649
第一节 基本原理	575	附录五 国外有关分析仪器 一览表	650
第二节 实验技术	576	主要参考书目	666

第一篇 通用分析方法

第一章 物理特性的测定

第一节 密 度

密度是指在 $t^{\circ}\text{C}$ 时单位体积物质的质量，符号为 ρ_t 。密度的SI单位为千克每立方米(kg/m^3)，常用的倍数单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

相对密度，是指一定体积物体的质量与同温度的等体积的参考物体的质量之比，为无量纲量，以符号 d_4^t 表示。相对密度也可定义为一种物质的密度与同样条件下参考物质的密度之比。

高聚物材料和它的各种原材料，在生产和使用中往往都要测定密度。密度可作为某些产品的一项质量指标，也可根据某些液体材料的密度直接查出其百分含量。此外，在其它物理特性的测定中，往往也需要密度数据，如动力粘度的测定。密度对鉴别未知高聚物材料也很有用。如果与其它化学鉴定方法相结合，能非常简便地鉴别某些高聚物材料。例如，一种未知塑料在燃烧时具有石蜡味，而它的密度在 $0.89\sim 0.98\text{g}/\text{cm}^3$ 之间，该塑料一定是聚乙烯或聚丙烯，再由具体的密度数据并借助其它方法可进一步确定为低压聚乙烯或高压聚乙烯。含氟塑料也可根据其密度并结合元素定性和燃烧试验来鉴别。

测定密度的方法很多，要根据试样的不同状态来选择。下面分液体材料和粒子(固体)材料介绍其测定方法。

一、液体材料密度的测定

密度计法

密度计法最适用于测定易流动的透明液体的密度，也能用于粘度大的液体材料，但应使密度计有足够的时间达到平衡。对不透明的液体也能使用，但对弯月形液面应作适当校正。

密度计是一种最常用、操作简便的仪器。它按阿基米德原理工作，当密度计的质量一定时，被测液体的密度愈大，则密度计浸入液体中的体积愈小，因此按其浮在液体中位置的高低即可求得液体的密度大小。操作步骤可参照GB1884-83，美国标准ASTM D287和D1298。

1. 仪器

密度计，常用的有石油密度计、乳汁密度计、海水密度计、蓄电池用密度计、尿密度计和供测定酸、碱、盐及其它水溶液密度用的所谓通用密度计，可根据不同试样选用，

其示意图见图1-1(a)、(b)；

玻璃量筒，内径至少比密度计外径大25mm；

水银温度计，分度为0.2°C(或0.1°C)的全浸式。

2. 操作步骤

测定密度前，使液体试样的温度与环境温度一致。将量筒放在平稳的地方，向其中小心倾入试样，试样的温度与环境温度之差，不应大于 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ 。

拿着洁净干燥的密度计的上端，缓缓地放入搅拌均匀的试样中，注意液面以上的密度计杆管浸湿不得超过两个最小分度值。杆管剩余部分必须保持干净，因为杆管上的液体会影响读数。密度计浸入低粘度试样中，在放开手时，稍给以转动，以助其在不靠近量筒壁处静止漂浮。要有足够的时间让密度计达到静止状态，让气泡全部逸出，这一点对较粘稠的试样尤为重要。

密度计浸入液体3~4min，使其温度平衡，且完全静止后，读数。

读数的办法分透明液体和不透明液体(例如，石油、乳汁等)两种。对于不透明液体按弯月面上缘读数，对于透明的液体则按弯月面下缘读数。按弯月面上缘读数时，应背向光线。干管周围形成的弯月面，其最高处(即上缘)，因光线投影出现一条发亮的亮线，所以观察者两眼应稍高于液面〔见图1-2(a)〕，注视这条亮线在密度计分度表上的那一位置，其位置可以估计到分度值的十分之一。按照弯月面下缘读数时，观察者的眼睛必须稍低于液面，这时会看到椭圆形的液面，然后眼睛位置逐渐抬高，椭圆逐渐变小，直到看到椭圆变成一条直线〔见图1-2(b)〕为止。观察出此直线在分度上的位置，并且估计到分度值的十分之一。

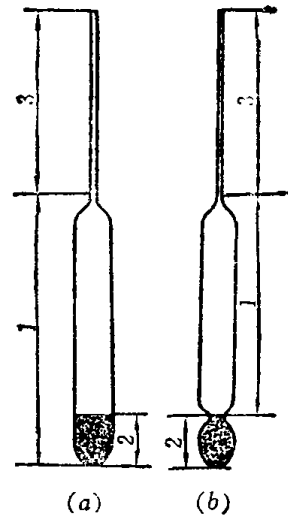


图1-1 密度计

1—躯体，2—压载室，3—干管。

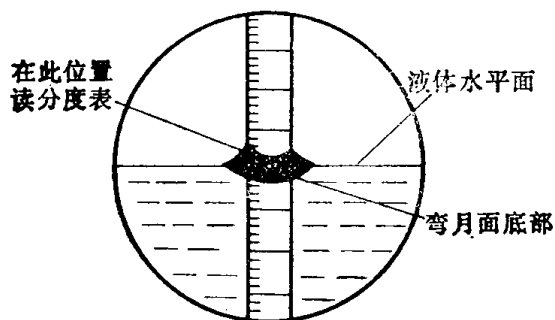


图1-2 (a) 不透明液体密度计刻度读法

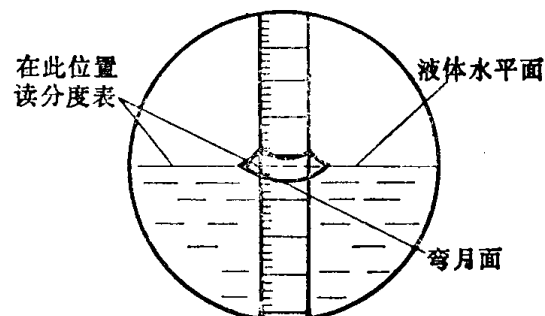


图1-2 (b) 透明液体密度计刻度读法

在读数前后，应分别测定液体的温度，以两次平均值作为测定液体密度时的液体温度(两次之差不应超过 0.5°C)。如果液体的温度和密度计的标准温度不同时，应考虑温度对密度计示值的影响。

3. 计算

根据密度计上的读数，按下式计算液体在此时的实际密度 ρ_t ，

$$\rho_t = \rho + \beta(t_0 - t)\rho \quad (1-1)$$

式中 ρ ——实测温度 $t^\circ\text{C}$ 时，经修正后的液体密度示值；

β ——玻璃的平均体膨胀系数[$\beta = 0.000025(1/^\circ\text{C})$]；

t_0 ——密度计的标准温度 20°C (注)；

t ——实测温度。

〔注〕所使用的密度计，我国以 20°C 为标准温度，美英以 15°C 为标准温度，应注意使用说明。

为说明(1-1)式的具体用法，举例如下：

〔例〕用一密度计测定某液体的密度，它的最小分度是 $0.0005\text{g}/\text{cm}^3$ ，其标准温度是 20°C 。密度计在液体中所形成的弯月面下缘位于分度表上 $0.830\text{g}/\text{cm}^3$ 分度线之下 $3/10$ ，液体温度为 50°C ，求液体此时的实际密度值。

〔解〕因弯月面下缘位于分度表上 $0.830\text{g}/\text{cm}^3$ 分度线之下 $3/10$ ，则密度计在液体中的示值为：

$$0.830\text{g}/\text{cm}^3 + 0.0005 \times \frac{3}{10}\text{g}/\text{cm}^3 = 0.83015\text{g}/\text{cm}^3$$

从出厂合格证或经计量单位检定合格证上查得 $0.83015\text{g}/\text{cm}^3$ 的修正值是 $+0.00045\text{g}/\text{cm}^3$ ，于是修正后的示值为：

$$0.83015 + 0.00045 = 0.83060(\text{g}/\text{cm}^3)$$

根据(1-1)式得液体在 50°C 时的实际密度为：

$$\begin{aligned} \rho_{50} &= 0.83060 + 0.000025 \times (20 - 50) \times 0.83060 \\ &= 0.82998(\text{g}/\text{cm}^3) \end{aligned}$$

由于各种液体的表面张力不同，各种液体的毛细作用也不同，因此密度计分度表仅适用于某一类液体。如果要用该类密度计测定别的液体，就会产生较大的误差。但这并不是说不能用来测定，而是说如果要测定，就得考虑毛细作用常数不同所带来的误差，根据以下公式予以修正：

$$\Delta K = \frac{(\alpha_2 - \alpha_1)\pi d \rho^2}{1000m} \quad (1-2)$$

式中 ΔK ——毛细作用常数修正量；

α_1 ——适合于密度计分度液体的毛细作用常数 (mm^2)；

α_2 ——液体毛细作用常数 (mm^2)；

ρ ——密度计在液体中的示值 (g/cm^3)；

d ——密度计示值为 ρ 处的干管直径 (mm)；

m ——密度计在空气中的质量 (g)。

举例说明如下：

〔例〕用适合于硫酸水溶液分度的密度计，当它浸入硫酸氢乙酯溶液中时，其密度示值是 $1.1925\text{g}/\text{cm}^3$ ，求硫酸氢乙酯溶液的实际密度是多少？

〔解〕求硫酸氢乙酯溶液的实际密度，首先要确定下列几个参数：

$$m = 120.5\text{g};$$

$$d = 5.2\text{mm};$$

从表1-1查硫酸水溶液的毛细作用常数

$$\alpha_1 = 6.40\text{mm}^2$$

查硫酸氢乙酯的毛细作用常数 $\alpha_2 = 3.23\text{mm}^2$;

按(1-2)式计算毛细作用修正量为:

$$\Delta K = \frac{(3.23 - 6.40) \times 3.14 \times 5.2 \times (1.19)^2}{1000 \times 120.5} = -0.0006\text{g/cm}^3$$

因此,所求的硫酸氢乙酯溶液的实际密度是:

$$1.1925 - 0.0006 = 1.1919(\text{g/cm}^3)$$

其他液体的毛细作用常数见表1-2至表1-4。

表1-1 重于水的液体毛细作用常数值

液体毛细作用 常数 α (mm^2) 密度 $\rho_{20}(\text{g/cm}^3)$	硫酸氢 乙酯溶液	硫酸水溶液	硝酸水溶液	盐酸水溶液	尿	海 水	甘油水溶液
1.00	2.92	7.42	7.53	7.53	7.37	7.53	7.45
1.01	2.93	7.35	7.45	7.45	6.80	7.51	7.33
1.02	2.93	7.28	7.37	7.36	6.27	7.49	7.21
1.03	2.94	7.21	7.29	7.27	5.77	7.47	7.09
1.04	2.95	7.15	7.21	7.18	5.28		6.97
1.05	2.96	7.09	7.12	7.09			6.85
1.06	2.97	7.03	7.04	7.01			6.74
1.07	2.99	6.97	6.96	6.92			6.62
1.08	3.00	6.92	6.87	6.83			6.50
1.09	3.02	6.87	6.79	6.74			6.38
1.10	3.04	6.82	6.71	6.66			6.26
1.11	3.06	6.77	6.63	6.57			6.15
1.12	3.08	6.72	6.55	6.48			6.04
1.13	3.10	6.67	6.46	6.40			5.92
1.14	3.13	6.62	6.38	6.31			5.81
1.15	3.15	6.57	6.30	6.22			5.70
1.16	3.17	6.53	6.22	6.13			5.59
1.17	3.19	6.49	6.13	6.04			5.49
1.18	3.21	6.44	6.05	5.95			5.40
1.19	3.23	6.40	5.97				5.33
1.20	3.25	6.36	5.89				5.31
1.21	3.27	6.31	5.81				
1.22	3.28	6.27	5.72				
1.23	3.29	6.23	5.64				
1.24	3.30	6.19	5.56				
1.25	3.31	6.15	5.48				
1.26	3.32	6.11	5.40				
1.27	3.32	6.07	5.32				
1.28	3.33	6.	5.29				
1.29	3.33	5.99	5.15				
1.30	3.33	5.95	5.07				
1.31	3.34	5.91	4.99				
1.32	3.33	5.87	4.90				
1.33	3.33	5.83	4.82				
1.34	3.33	5.79	4.74				
1.35	3.32	5.75	4.66				
1.36	3.32	5.71	4.58				
1.37	3.31	5.67	4.49				
1.38	3.30	5.63	4.40				
1.39	3.29	5.59	4.31				

(续)

液体毛细作用 常数 α (mm^2) 密度 ρ_{20} (g/cm^3)	硫酸氢 乙酯溶液	硫酸水溶液	硝酸水溶液	盐酸水溶液	尿	海水	甘油水溶液
1.40	3.28	5.55	4.22				
1.41	3.27	5.51					
1.42	3.26	5.47					
1.43	3.24	5.41					
1.44	3.23	5.40					
1.45	3.22	5.36					
1.46	3.21	5.32					
1.47	3.20	5.28					
1.48	3.18	5.25					
1.49	3.17	5.21					
1.50	3.15	5.17					
1.51	3.14	5.13					
1.52	3.12	5.09					
1.53	3.11	5.05					
1.54	3.10	5.01					
1.55	3.08	4.97					
1.56	3.07	4.93					
1.57	3.06	4.89					
1.58	3.05	4.85					
1.59	3.04	4.80					
1.60	3.03	4.76					
1.61	3.02	4.72					
1.62	3.01	4.68					
1.63	3.00	4.63					
1.64	2.99	4.59					
1.65	2.99	4.55					
1.66	2.98	4.50					
1.67	2.98	4.46					
1.68	2.97	4.42					
1.69	2.97	4.37					
1.70	2.97	4.33					
1.71	2.97	4.28					
1.72	2.97	4.23					
1.73	2.97	4.17					
1.74	2.98	4.12					
1.75	2.98	4.07					
1.76	2.99	4.01					
1.77	3.00	3.95					
1.78	3.01	3.88					
1.79	3.02	3.80					
1.80	3.04	3.71					
1.81	3.05	3.65					
1.82	3.07	3.50					
1.83	3.08	3.36					
1.84	3.10	3.20					

表1-2 轻于水的液体毛细作用常数

液体毛细作用常数 α (mm ²) 密度 ρ_{20} (g/cm ³)	矿物油	酒精水溶液	硫酸氢乙酯溶液	乙醚、乙醇混合液
0.62	2.53	—	—	—
0.63	2.58	—	—	—
0.64	2.62	—	—	—
0.65	2.68	—	—	—
0.66	2.72	—	—	—
0.67	2.76	—	—	—
0.68	2.79	—	—	—
0.69	2.83	—	—	—
0.70	2.87	—	—	—
0.71	2.91	—	—	2.46
0.72	2.95	—	—	2.50
0.73	2.99	—	—	2.54
0.74	3.03	—	—	2.54
0.75	3.06	—	—	2.59
0.76	3.10	—	—	2.64
0.77	3.14	—	—	2.70
0.78	3.17	—	—	2.76
0.79	3.20	2.89	—	2.84
0.80	3.24	2.91	—	2.95
0.81	3.27	2.94	—	—
0.82	3.31	2.97	—	—
0.83	3.34	3.00	—	—
0.84	3.38	3.03	—	—
0.85	3.41	3.06	3.05	—
0.86	3.44	3.08	3.03	—
0.87	3.48	3.10	3.01	—
0.88	3.51	3.12	2.99	—
0.89	3.54	3.14	2.97	—
0.90	3.58	3.17	2.95	—
0.91	3.61	3.20	2.94	—
0.92	3.64	3.24	2.93	—
0.93	—	3.31	2.92	—
0.94	—	3.39	2.91	—
0.95	—	3.54	2.91	—
0.96	—	3.78	2.90	—
0.97	—	4.22	2.90	—
0.98	—	4.97	2.90	—
0.99	—	6.13	2.91	—
1.00	—	7.45	2.91	—

表1-3 三氯甲烷毛细作用常数

密度 (g/cm ³)	毛细作用常数 (mm ²)	密度 (g/cm ³)	毛细作用常数 (mm ²)
0.81	2.86	0.91	2.62
0.82	2.83	0.92	2.60
0.83	2.79	0.93	2.59
0.84	2.76	0.94	2.57
0.85	2.73	0.95	2.55
0.86	2.71	0.96	2.54
0.87	2.69	0.97	2.52
0.88	2.68	0.98	2.51
0.89	2.66	0.99	2.49
0.90	2.64	1.00	2.48

(续)

密度(g/cm ³)	毛细作用常数(mm ²)	密度(g/cm ³)	毛细作用常数(mm ²)
1.01	2.46	1.26	2.06
1.02	2.44	1.27	2.05
1.03	2.42	1.28	2.04
1.04	2.40	1.29	2.03
1.06	2.36	1.31	2.01
1.07	2.34	1.32	2.00
1.08	2.33	1.33	1.99
1.09	2.31	1.34	1.98
1.10	2.29	1.35	1.97
1.11	2.28	1.36	1.96
1.12	2.27	1.37	1.95
1.13	2.27	1.38	1.94
1.14	2.26	1.39	1.93
1.15	2.25	1.40	1.92
1.16	2.23	1.41	1.91
1.17	2.21	1.42	1.91
1.18	2.18	1.43	1.90
1.19	2.16	1.44	1.90
1.20	2.14	1.45	1.89
1.21	2.13	1.46	1.89
1.22	2.11	1.47	1.88
1.23	2.10	1.48	1.87
1.24	2.08	1.49	1.87
1.25	2.07	1.50	2.02

表1-4 几种有机液体的毛细作用常数

液体毛细作用常数 α (mm ²)	水杨酸乙醇	邻苯二甲酸二乙醇	苯 甲 醇	正 丙 醇
密度(g/cm ³)				
0.804	—	—	—	3.06
0.80	2.88	2.87	2.92	—
0.81	2.88	2.86	2.94	—
0.82	2.88	2.85	2.95	—
0.83	2.89	2.84	2.97	—
0.84	2.89	2.83	2.98	—
0.85	2.89	2.82	3.00	—
0.86	2.87	2.81	3.03	—
0.87	2.86	2.79	3.05	—
0.88	2.84	2.78	3.08	—
0.89	2.83	2.76	3.10	—
0.90	2.81	2.75	3.13	—
0.91	2.70	2.74	3.16	—
0.92	2.79	2.74	3.19	—
0.93	2.77	2.73	3.22	—
0.94	2.76	2.73	3.25	—
0.95	2.75	2.72	3.28	—
0.96	2.74	2.72	3.33	—

(续)

液体毛细作用常数 α (mm ²)	水杨酸乙醇	邻苯二甲酸二乙酯	苯甲醇	正丙醇
密度 (g/cm ³)				
0.97	2.74	2.72	3.39	—
0.98	2.73	2.73	3.44	—
0.99	2.73	2.73	3.50	—
1.00	2.72	2.73	3.55	—
1.01	2.72	2.76	3.64	—
1.02	2.73	2.79	3.73	—
1.03	2.73	2.82	3.81	—
1.04	2.74	2.85	3.90	—
1.042	—	—	3.92	—
1.05	2.74	2.88	—	—
1.06	2.78	2.95	—	—
1.07	2.82	3.02	—	—
1.08	2.86	3.08	—	—
1.09	2.90	3.15	—	—
1.10	2.94	3.22	—	—
1.122	—	3.44	—	—
1.11	3.05	—	—	—
1.12	3.16	—	—	—
1.13	3.26	—	—	—
1.136	3.33	—	—	—

比重天平法

比重天平又称韦氏天平，是一种构造简单、使用方便、测定比较迅速的仪器。适用于易挥发液体的测定，但要求试样的运动粘度不大于 $10^{-6} \text{m}^2/\text{s}$ 。具体操作可参照 GB612-77，当运动粘度大于 $10^{-5} \text{m}^2/\text{s}$ 时，需用煤油稀释后再测定。

1. 仪器与试剂

比重天平（韦氏天平），见图 1-3；

小镊子；

水银温度计，0~40°C，分度 0.1°C，当仪器浮沉子本身带温度计时，可不再配备，但精度必须符合要求；

恒温水浴，准确度 0.1°C；

乙醇；

乙醚。

2. 操作步骤

将天平的金属部分仔细擦拭，浮沉子及金属丝须用乙醇及乙醚洗涤并吹干。然后用镊子将浮沉子的金属丝挂在天平梁的钩上，不要用手触及，用调整螺旋使两个指针对正。向量筒中注入恰为 20°C 的蒸馏水，并将浮沉子

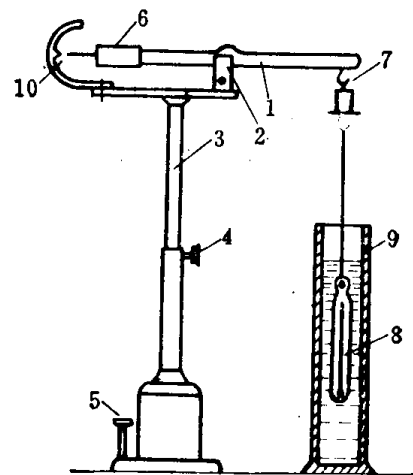


图1-3 比重天平

1—不等臂梁；2—把架；3—活动圆柱；4—螺旋；5—调整螺旋；6—平衡锤；7—钩；8—浮沉子；9—量筒；10—指针。

放入水中，使其全部浸入，金属丝亦浸入约 15mm。

放浮沉子于水中时，注意勿使浮沉子上及其耳孔中存有气泡，并使浮沉子位于量筒中央，此时天平即失去平衡。这时如将最大砝码挂在梁上的第 10 分度上，天平应达到平衡。如不平衡，则用最小砝码使梁达到平衡。如最大砝码比所需要的稍轻时，则将最小砝码挂在第 1、第 2、第 3 或第 4 分度上使达到平衡。如若最大砝码比所需要的稍重时，则将最大砝码挂在第 9 分度上，而将最小砝码挂在第 9、第 8、第 7 或第 6 分度上，使达到平衡。

如此确定天平的误差值并借助梁的偏差计算，其范围为 ± 0.0004 ，在测定试样密度时，应在指针同样偏差下进行读数。

如误差大于 0.0004 时，则天平应当检修，必要时须换新的砝码。

将玻璃量筒中的水倾出，量筒及浮沉子先用乙醇，再用乙醚洗涤数次，吹干。往量筒中注入预先调整至 20°C 的试样，置于 20°C 的恒温水浴中。调节砝码，砝码应放在梁的刻度上，如果在同一刻度上需放两个砝码，则将小的砝码挂在大砝码的脚钩上，按称天平的顺序从大砝码到小砝码，从远刻度到近刻度的办法使天平达到平衡，记录读数。这时得到试样的相对密度示值，以 d_{20}^{20} 表示。

在 20°C 时试样的密度按下式计算：

$$\rho_{20} = d_{20}^{20} \times 0.99823 \quad (1-3)$$

式中 d_{20}^{20} ——在 20°C 测得的试样相对密度的示值；

0.99823——水在 20°C 时的密度，g/cm³。

〔注〕 如果需要在 t_x °C 温度下测定试样的密度，则将所得相对密度的示值乘以 t_x °C 温度下水的密度即可。各温度下水的密度见表 1-5。

表 1-5 水的密度

温度(°C)	密度(g/cm ³)	温度(°C)	密度(g/cm ³)	温度(°C)	密度(g/cm ³)
0	0.99987	21	0.99802	40	0.99224
3	0.99999	22	0.99780	45	0.99025
4	1.00000	23	0.99756	50	0.98807
5	0.99999	24	0.99732	55	0.98573
10	0.99973	25	0.99707	60	0.98324
15	0.99913	26	0.99681	65	0.98059
15.56	0.99904	27	0.99654	70	0.97781
16	0.99897	28	0.99626	75	0.97487
17	0.99880	29	0.99597	80	0.97183
18	0.99862	30	0.99567	85	0.96865
19	0.99843	35	0.99406	90	0.96534
20	0.99823	37.78	0.99307	100	0.95838

当被测试样的运动粘度在密度测定的温度下，超过 10^{-5} m²/s，那么首先将试样同煤油按体积 1:1 混合，然后用比重天平测出混合液的密度，再根据下列公式求出试样的密度：

$$\rho_x = 2\rho_c - \rho_k \quad (1-4)$$

式中 ρ_x ——试样在温度 t °C 时的密度；

ρ_s ——混合液在温度 $t^\circ\text{C}$ 时的密度；

ρ_k ——煤油在温度 $t^\circ\text{C}$ 时的密度。

如果混合液体的运动粘度还大于 $10^{-6}\text{m}^2/\text{s}$ ，那么可用加热的办法降低粘度后再测定液体的密度。

比重瓶法

比重瓶法是一种广泛应用的、具有较高精度的密度测定法。它具有以下优点：

- ① 比重瓶法依赖于质量测定，可直接在分析天平上进行，不需用附加设备；
- ② 比重瓶中的试样除非常小的自由表面之外，绝大部分都与空气隔绝，因而可以减少或几乎排除试样的蒸发和从空气中吸收湿气的可能性；
- ③ 使用的试样量较少；
- ④ 对比重瓶中试样的恒温 and 随后的称量可单独进行，这样避免了由于试样温度的波动给质量测定带来的误差；
- ⑤ 对于易挥发或粘度很大的液体试样均适用，可分别参考以下方法进行测定，GB611-77，GB2540-81、ASTMD941、ASTMD1217。

1. 仪器

比重瓶，见图 1-4(a)~(e)；

恒温水浴，深度大于比重瓶高度，能保持水浴温度在 $20 \pm 0.1^\circ\text{C}$ ；

水银温度计，分度 0.1°C 。

2. 操作步骤

在用比重瓶测定液体试样的密度前，应首先确定比重瓶的“水值”，即确定 20°C 时在比重瓶容积中水的质量。在测定水值前，将比重瓶用铬酸洗液、水、乙醇、蒸馏水仔细洗涤，干燥后称量，准确至 0.0002g ，再用具有引长毛细管的吸量管将新煮沸的、冷却

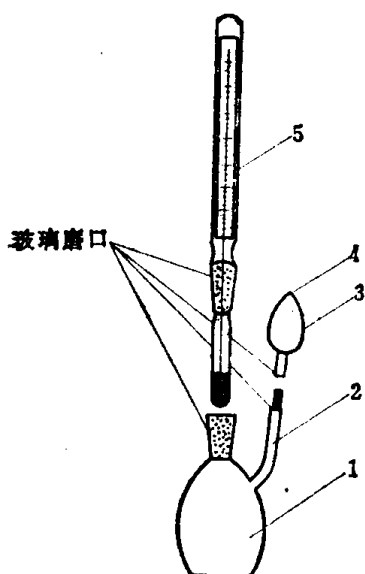


图1-4(a) 比重瓶

1—比重瓶主体；2—侧管；3—侧孔；
4—罩；5—温度计。

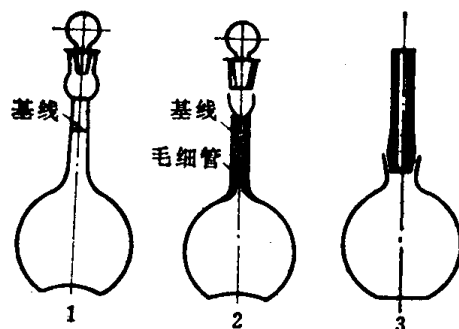


图1-4(b) 平底球形比重瓶

1—具有基线广口的，2—具有基线毛细管的，
3—具有毛细管瓶塞的。

至 18~20°C 的蒸馏水装入比重瓶（具有标线的比重瓶装满至稍高于标线处，而在塞上带有毛细管的比重瓶，则完全装满至顶端），并将其放入 20 ± 0.1°C 的恒温浴中，但不得浸没比重瓶上端。比重瓶在 20°C 下保持 20~30min 后，当具有标线的比重瓶颈中的水面停止变动，将过剩的水用吸量管或滤纸吸出，并擦干比重瓶颈的内壁，比重瓶中的水面，按液面的上边缘确定。

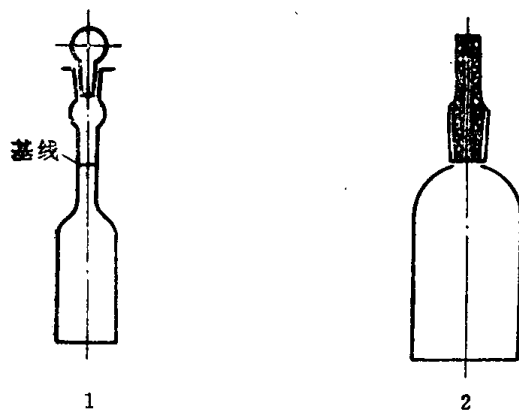


图1-4(c) 平底圆柱形比重瓶

1—具有基线广口的；2—具有毛细管瓶塞的。

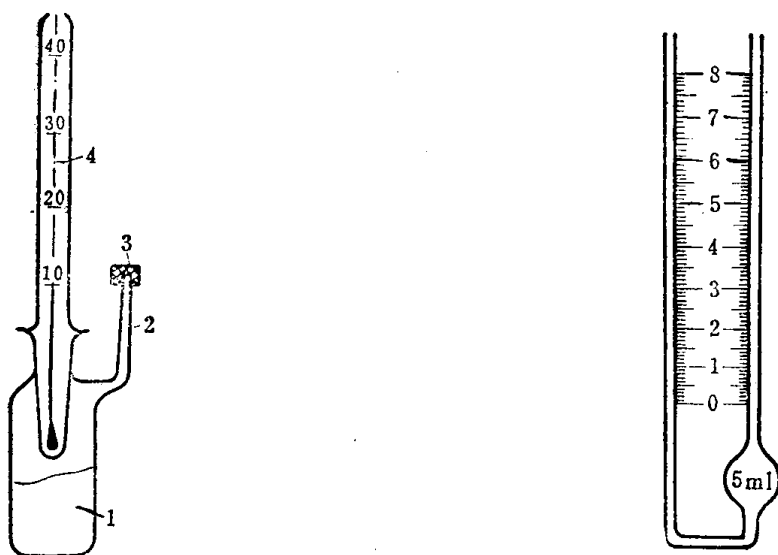


图1-4(d) 具有毛细管和温度计的比重瓶
1—瓶；2—毛细管；3—尖顶盖；4—温度计。

图1-4(e) 测量易挥发性液体密度用的比重瓶

在具有毛细管的比重瓶中，水由毛细管溢出，过剩的水用滤纸除去。

在 20°C 下已经确定水面的比重瓶，取出后仔细擦干其外部，称量，准确至 0.0002g。

将比重瓶中水倾出后，先用乙醚洗涤数次，吹干后称量之。两次称量之差即为 20°C 时水的质量（即水值）。以试样代替水，按上法同样操作即得 20°C 时试样的质量。

在 20°C 时，试样的密度按下式计算：

$$\rho_{20} = \frac{(m_2 - m_1) \times 0.99823}{m_3 - m_1} \quad (1-5)$$