



高等院校理工类规划教材

化工现代测试技术

◎ 朱耕宇 陈雪萍 主编



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS

浙江大学出版社

化工现代测试技术

朱耕宇 陈雪萍 主编



ZHEJIANG UNIVERSITY PRESS
浙江大学出版社

图书在版编目(CIP)数据

化工现代测试技术 / 朱耕宇, 陈雪萍主编. —杭州: 浙江大学出版社, 2009. 9
(高等院校理工科规划教材)
ISBN 978-7-308-07049-2

I. 化… II. ①朱… ②陈… III. 化工工程—测试技术—高等学校—教材 IV. TQ02—33

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 164274 号

化工现代测试技术

朱耕宇 陈雪萍 主编

责任编辑 杜希武

封面设计 俞亚彤

出版发行 浙江大学出版社

(杭州天目山路 148 号 邮政编码 310028)

(网址: <http://www.zjupress.com>)

排 版 杭州求是图文制作有限公司

印 刷 杭州杭新印务有限公司

开 本 787mm×1092mm 1/16

印 张 9.5

字 数 231 千字

版 印 次 2009 年 9 月第 1 版 2009 年 9 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-308-07049-2

定 价 20.00 元

版权所有 翻印必究 印装差错 负责调换

浙江大学出版社发行部邮购电话 (0571)88925591

前 言

本书是浙江大学化学工程与生物工程学系本科生课程《化工现代测试技术》的实验教材。

化学工程联合国家重点实验室(浙江大学)有多台大型进口分析测试仪器,包括裂解气相色谱—红外光谱联用仪、原子力显微镜、带冷热台偏光显微镜、凝胶渗透色谱仪、差示扫描量热仪、热重分析仪、Zeta 电位、纳米激光粒度仪、表面张力及接触角测定仪、气体吸附仪、压汞仪、流变仪、转矩流变仪等,这些仪器为教师、研究生的科研工作提供了很好的支撑条件,同时也为社会提供了许多技术服务。

长期以来,本科教学实验往往以独立的、验证性的实验为主,所使用的仪器设备相对比较落后,在实验中很难体现学科的前沿发展方向及先进的教学理念。传统的教学实验,无论是实施模式,还是实验仪器等都远不能满足学生们的要求。《化工现代测试技术》课程即是基于将大型仪器用于本科实验教学的思路,利用现有的大型仪器并兼顾与其他专业课程的衔接,设计了一些新的实验性教学内容。旨在通过本课程的学习,使学生对化工现代仪器分析原理及应用有一个全面的了解,具备应用这些仪器分析方法解决问题的能力。

本教材内容上涵盖了聚合物分子量及其分布的测定、热分析、聚合物加工性能及力学性能测定、化工材料颗粒粒度及乳液微观形态测定、结晶性能分析、结构分析、吸附特性分析、聚合物裂解机理研究等八大类 17 个实验。

两位编写者在参考了相关教材、资料的基础上,于 2007 年编写了《化工现代测试技术》指导讲义,经过两届本科生的试用,对原讲义进行了修改、补充。在《化工现代测试技术》课程的设置、安排等方面得到了李伯耿教授、陈纪忠教授的热心帮助,在教材的编写过程中有翁志学教授的悉心指导,在此表示衷心地感谢!另外,浦群老师协助相关图表的制作、叶继华老师参与了“聚合物加工性能测定”部分的编写工作,一并致谢!

限于编者的水平及教学经验的不足,教材中一定会有不少的错误或欠妥之处,敬请读者指正。

编 者

2009 年 3 月 于浙江大学



目 录

一	凝胶渗透色谱法测定聚合物的分子量及其分布	(1)
二	气相渗透法测定聚合物的分子量	(13)
三	粘度法测定聚合物的分子量	(19)
四	聚合物的热性能测定——功率补偿型差示扫描量热法	(28)
五	聚合物的热性能测定——热流型差示扫描量热法	(41)
六	聚合物的热重分析	(56)
七	聚合物加工性能测定	(66)
八	万能材料试验机表征高聚物的力学性能	(73)
九	高聚物冲击强度的测定	(85)
十	颗粒粒度测定——激光衍射法	(92)
十一	颗粒粒度测定——光子相关光谱法	(105)
十二	乳液 Zeta 电位的测定	(109)
十三	扫描探针显微镜观测乳液膜的微观形态	(113)
十四	偏光显微镜法研究聚合物结晶性能	(119)
十五	红外光谱法测定聚合物结构	(124)
十六	裂解气相色谱法鉴定聚合物结构	(132)
十七	气体吸附法研究颗粒吸附特性	(138)

一 凝胶渗透色谱法测定聚合物的分子量及其分布

聚合物一般是由不同分子量的同系物组成的混合物,其分子量为一统计平均值,且分子量存在一定的分布。因此通常所说的分子量是平均分子量,平均分子量有多种表示方法,常用的有数均分子量、重均分子量及粘均分子量等。分子量分布是指聚合物试样中各级分的含量与分子量的关系。

聚合物的许多物理、力学性能与分子量及其分布有密切的关系,如分子量是影响强度的重要因素。另外,聚合物的分子量及其分布是由聚合过程或解聚过程的机理决定的,因此无论是为了研究聚合或解聚的机理及其动力学,或者是为了更好地控制聚合及成型加工的工艺,都需要测定聚合物的分子量及其分布。

凝胶渗透色谱法(Gel Permeation Chromatography,简称 GPC)具有快速、精确、重复性好和容易实现自动化等优点,GPC 法不仅可以快速测得聚合物的分子量分布,同时也可得到它的数均分子量、重均分子量、峰值分子量,如果已知所测样品的 K 及 α 值,还可得到它的粘均分子量。

一、目的要求

1. 了解凝胶渗透色谱法的测量原理及仪器结构;
2. 初步掌握 Waters GPC 1525/2414 的进样、淋洗、检测等操作技术;
3. 通过 GPC 法测定聚苯乙烯试样的分子量及其分布。

二、原理

数均分子量 $\bar{M}_n$ 是用不同分子量的分子数目进行统计平均的分子量,即聚合物的总重量除以聚合物中所含各种分子量分子的总摩尔分子数:

$$\bar{M}_n = \frac{\sum W_i}{\sum N_i} = \frac{\sum N_i M_i}{\sum N_i} = \frac{N_1 M_1 + N_2 M_2 + N_3 M_3 + \dots}{N_1 + N_2 + N_3} = \sum \bar{N}_i M_i$$

式中, N_i 为分子量是 M_i 的分子数; $\bar{N}_i$ 为分子量是 M_i 的摩尔分数。

数均分子量一般利用聚合物稀溶液的依数性原理测定,主要有端基分析法、沸点升高法、冰点下降法、膜渗透压法、蒸汽压渗透法(VPO,即气相渗透法)等。

重均分子量 $\bar{M}_w$ 是聚合物中用不同分子量的分子重量统计平均的分子量:

$$\bar{M}_w = \frac{\sum W_i M_i}{\sum W_i} = \frac{\sum N_i M_i^2}{\sum N_i M_i} = \sum \bar{W}_i M_i$$

式中, $\bar{W}_i$ 为分子量是 M_i 的重量分数。

重均分子量的测定方法:光散射法 LS、X 射线小角散射法、扩散法等。

粘均分子量 $\bar{M}_v$ 的计算公式如下:

$$\bar{M}_\eta = \left[\frac{\sum N_i M_i^{\alpha+1}}{\sum N_i M_i} \right]^{\frac{1}{\alpha}} = \left[\frac{\sum w_i M_i^{\alpha}}{\sum w_i} \right]^{\frac{1}{\alpha}} = (\sum \bar{w}_i M_i^{\alpha})^{\frac{1}{\alpha}}$$

式中, α 是与高分子在溶液里的形态有关的指数。对大多数具有线型长链分子的聚合物只要溶剂选择适当, α 值接近理想值 0.5 (Θ 溶液), 一般在 0.6 到 0.75 之间。

当某一聚合物试样溶解在适当的溶剂中时, 它的特性粘数和粘均分子量之间存在着如下关系式, 即 Mark-Houwink 关系式:

$$[\eta] = K \bar{M}_\eta^\alpha$$

式中, $[\eta]$ 为特性粘数; K, α : 经验常数, 与溶剂、聚合物种类、温度及聚合物的分子量范围有关, 它们数据可查有关手册, 公式中所涉及的分子量即为粘均分子量。

粘均分子量一般采用稀溶液粘度法 (乌氏粘度计法) 测得聚合物的特性粘数 $[\eta]$, 再根据 Mark-Houwink 公式计算所得。

聚合物分子量分布的测定主要有以下三种:

- (1) 利用不同分子量的聚合物有不同的溶解度进行分级, 根据分级得到不同分子量的级分, 进而求得分子量分布;
- (2) 利用不同分子量的高分子具有不同的沉降速度进行分离;
- (3) 利用不同分子量的高分子溶液流体力学体积不同进行分离并求得分子量分布, 如 GPC 法。

(一) GPC 法的分离机理

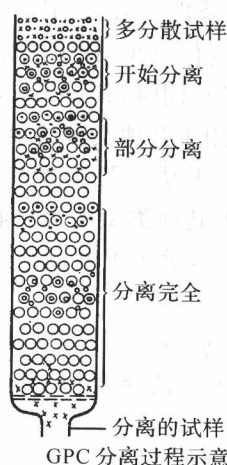
凝胶渗透色谱 (GPC) 是液相色谱的一个分支, 其分离部件是一以多孔性凝胶作为载体的色谱柱, 凝胶的表面与内部含有大量彼此贯穿的大小不等的孔洞。色谱柱的总体积 V_t 由载体的骨架体积 V_g 、载体内部的孔洞体积 V_i 和载体的粒间体积 V_0 组成。GPC 的分离机理通常用“空间排斥效应”来解释。测量时色谱柱中充满溶剂, 待测聚合物试样溶液从柱顶引入, 并通过定量泵用同样的溶剂以一定的流速进行淋洗。

当聚合物溶液流经多孔性凝胶粒子时, 溶质分子即向填料内部的孔洞渗透, 渗透的几率和深度与分子尺寸有关, 可分为三种情况:

1. 高分子的尺寸大于填料中所有孔洞的孔径, 此时高分子只能在凝胶颗粒之间空隙中存在, 并首先被溶剂淋洗出来, 其淋洗体积 V_e 等于凝胶的粒间体积 V_0 , 因此对于这些分子没有分离作用。
2. 对于分子量很小的分子, 由于能进入凝胶的所有孔洞, 因此全都在最后被淋洗出来, 其淋洗体积等于凝胶内部的孔洞体积 V_i 与凝胶的粒间体积 V_0 之和, 即 $V_e = V_0 + V_i$ 。对于这些分子同样没有分离作用。
3. 对于分子量介于以上两者之间的分子, 其中较大的分子能进入较大的孔洞, 较小的分子不但能进入较大、中等的孔洞, 而且也可以进入较小的孔洞。这样大分子能渗入的孔洞数目比小分子少, 即大分子的渗入几率与渗入深度都比小分子少, 换句话说, 在柱内小分子流过的路径比大分子长, 因而在柱中的停留时间也较长, 所以需要较长的时间才能被淋出, 从而达到了分离的目的。这些分子的淋洗体积为:

$$V_e = V_0 + K V_i$$

式中, K 为分配系数。从以上分析可知对于上述第一种情况, $K=0$; 对于第二种情况, $K=1$; 对于第三种情况则有 $0 < K < 1$, 即对于分子尺寸与凝胶孔洞直径相匹配的溶质分子来说,



- × 比填料的最大孔要大的分子；
- 能渗入填料的较大孔但不能渗入填料的较小孔的较大分子；
- 能渗入填料的较小孔的较小分子

图 1.1 GPC 分离过程示意图

都可以在 V_0 至 $V_0 + V_i$ 淋洗体积之间按分子量由大至小依次被淋洗出来。

(二)校正曲线

在 GPC 实验中,如果采用示差折光仪作为检测器, GPC 谱图纵坐标记录的是淋洗液与纯溶剂折光指数的差值 Δn , 在非常稀的溶液中, Δn 正比于淋洗出组分的相对浓度 Δc ; 横坐标记录的是淋洗体积 V_e , 它表征着被测样品的分子尺寸。校正曲线是表示分子量与淋洗体积之间的对应关系的曲线。在作校正曲线时,一般是在给定的测试条件下,以一组分子量数值准确可靠的窄分布的样品作为标样(通常为窄分布聚苯乙烯),测出一系列 GPC 谱图,以谱图峰位置所对应的淋洗体积 V_e 对 $\lg M$ 作图所得到的曲线即称为标定曲线,如图 1.2 所示。

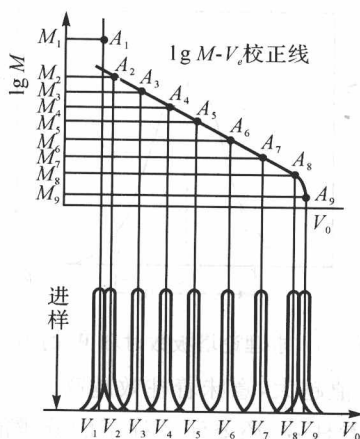


图 1.2 $\lg M$ 对 V_e 校正曲线(窄分布标样的校正线)

由图 1.2 可见,在标定曲线的直线部分,分子量与淋洗体积间的关系可用简单的线性方程来表示:

$$\lg M = A + BV_e$$

式中, A 、 B 为常数, 与仪器、填料、操作条件等有关, 其数值可由校正曲线得到, 其中 B 是校正曲线的斜率, 同柱效率有密切关系, B 值越小, 柱子的分辨率越高。

对于不同类型的高分子, 在分子量相同时, 其分子尺寸并不一定相同。因此用聚苯乙烯作为标样得到的校正曲线不能直接应用于其他类型的聚合物。但是许多聚合物不易获得窄分布的标样进行标定, 因此希望能借助于某一聚合物的标准样品在某种条件下测得的标准曲线, 通过转换关系在相同条件下用于其他类型的聚合物试样。这种校正曲线称为普适校正曲线。根据 Flory 流体力学体积理论, 对于柔性高分子链, 当下式成立时, 两种高分子具有相同的流体力学体积

$$[\eta]_1 M_1 = [\eta]_2 M_2$$

式中, 下标 1 和 2 分别表示两种不同的聚合物。将 Mark-Houwink 方程 $[\eta] = KM^\alpha$ 代入上式可得:

$$\lg M_2 = \frac{1}{1+\alpha_2} \lg \frac{K_1}{K_2} + \frac{1+\alpha_1}{1+\alpha_2} \lg M_1$$

根据上式, 如已知在测定条件下两种聚合物的 K 、 α 值, 则只有知道某一淋洗体积的标样(聚苯乙烯)的分子量 M_1 , 就可算出同一淋洗体积下其他聚合物的分子量 M_2 。

(三) 柱效率和分离度

与其他色谱分析方法相同, GPC 实际的分离过程都不是理想的, 即使对分子量完全均一的试样, 在 GPC 的谱图上也有一个分布。采用柱效和分离度能全面地反映色谱柱性能的好坏。色谱柱的效率(简称柱效)可借用“理论塔板数”(Number of Theoretical Plates, N) 进行描述。测定理论塔板数的方法是: 用一种分子量均一的纯物质, 如邻二氯苯、苯甲醇、乙腈、苯等, 作 GPC 实验, 得到色谱峰如图 1.3, 从图 1.3 中可以求得出现峰值时的淋洗体积 V_R , 以及由峰的两侧曲线拐点处作切线与基线所截得的基线宽度即为峰底宽 W , 然后按下式计算 N :

$$N = 16 \left(\frac{V_R}{W} \right)^2$$

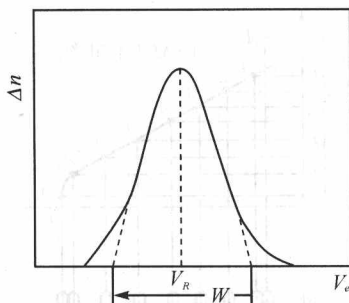


图 1.3 求理论塔板数时 N 和 W 的确定

对于相同长度的色谱柱, N 值越大, 意味着柱效越高。

GPC 柱性能的好坏不但要看柱效, 还要注意柱子的分辨能力。一般用分离度 R 表示:

$$R = \frac{2(V_2 - V_1)}{(W_1 + W_2)}$$

式中, V_1 、 V_2 分别为对应于试样 1 和试样 2 的两个峰值的淋洗体积, W_1 、 W_2 分别为峰 1 和峰 2 和峰底宽, 如图 1.4。显然, 若两个试样达到完全分离, R 应等于 1 或大于 1, 如果 R 小于

1, 则分离是不完全的。

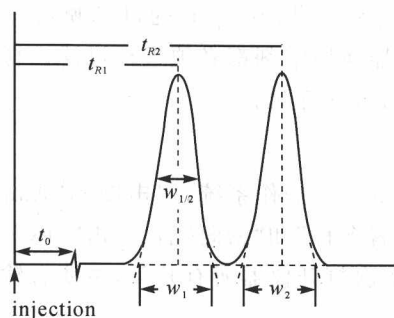


图 1.4 分离度的计算

为了相对比较色谱柱的分离能力,有人定义了一个特殊的分离度,称为比分离度 R_s ,它表示分子量相差 10 倍时的分离度,定义为:

$$R_s = \frac{2(V_2 - V_1)}{(W_1 + W_2)(\lg M_{w_1} - \lg M_{w_2})}$$

三、仪器和药品

1. 仪器: Waters 2515/2414 凝胶渗透色谱仪,美国 Waters 公司生产,如图 1.5 所示;色谱柱:HR2、HR3、HR4 串联,如图 1.6 所示。

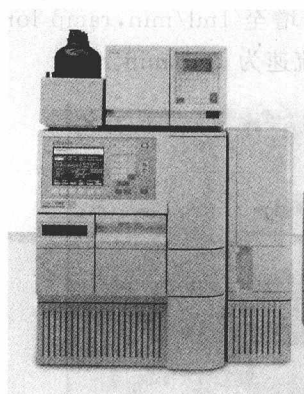


图 1.5 Waters1525/2414 GPC 的外形示意图
(1525 为输液泵型号,2414 为示差检测器型号)



图 1.6 不锈钢凝胶色谱柱示意图

2. 试样:聚苯乙烯;溶剂:四氢呋喃(AR),甲苯(AR),邻二氯苯(AR)。

四、实验内容及步骤

(一)实验前期准备工作

1. 配制溶液:根据聚合物试样的性质选择合适的溶剂,如聚苯乙烯一般选择四氢呋喃作溶剂,溶液浓度应根据试样分子量大小进行配制,分子量越大,浓度越小,一般为千分之三

左右。

2. 过滤:待试样溶液充分溶解后,用 $0.4\mu\text{m}$ 的过滤膜对配制的溶液进行过滤(注:所有溶液,包括标样、测试溶液及仪器所用溶剂都必须进行过滤),将试样过滤至 2ml 或 4ml 的试样瓶中,并在试样瓶上标上样品名称待测。

(二) 开机

打开计算机电源,进入 Windows 操作系统,双击图标“Empower Login”进入测试系统,系统弹出注册窗口,输入“操作者名称”和“密码”后,单击“OK”进入系统主菜单。

打开稳压电源,几分钟后依次打开仪器所有开关,主要有输液泵、检测器、柱温箱和进样器四部分。

(三) 测试

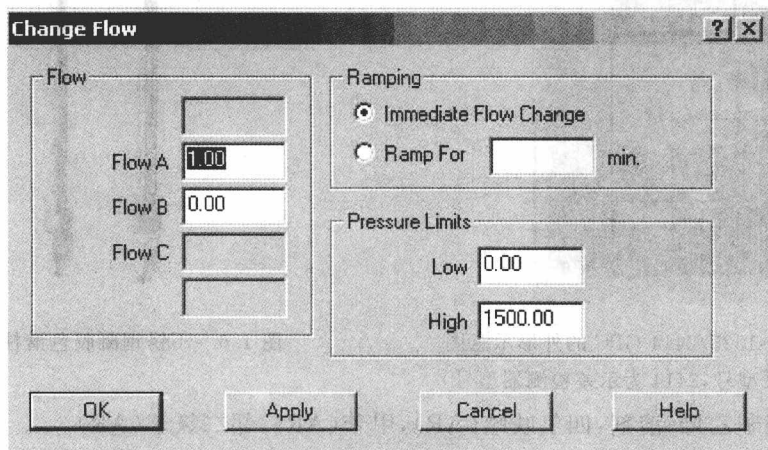
点击主菜单中“Run Samples”部分,将计算机与仪器进行联机,进入样品测试控制窗口。

1. 联机:单击“Run Samples”,系统弹出联机窗口,该窗口包括两大部分,左侧框中显示的是计算机中软件名称,右侧框中显示的是仪器组合名称(如 1525/2414),在两侧框中各选中所用的软件名及仪器名,单击窗口下方的“OK”,系统弹出管理员窗口(一般需等待几分钟),联机成功,进入样品设置及测试阶段。

2. 测试前,仪器一般需稳定 2 小时以上,一般选择流速为 0.2ml/min 的慢速稳定,若能稳定过夜更佳。

3. 在管理员窗口中下方的“Instrument Method”部分选择所用的测试仪器方法。可直接在下拉窗口中选择 2414_01(对应泵流量: 0.2ml/min ,柱温箱温度: 30°C),也可直接修改,点击 Edit,进入 Instrument Method Editor 窗口修改,Save 保存。Setup 后,柱温上升,泵流量为设置值。

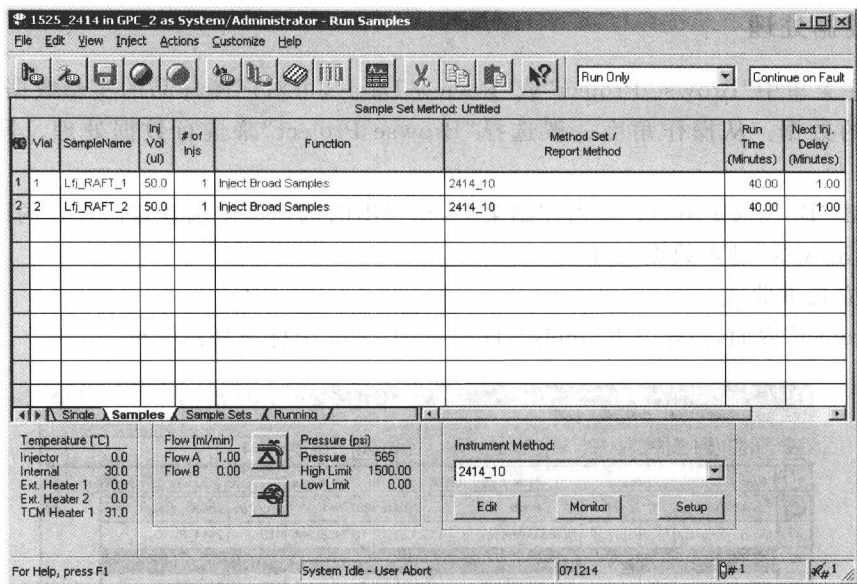
4. 仪器稳定后,点击 Pump A,将流量由 0.2ml/min 增至 1ml/min ,ramp for 30 min。然后在 Instrument Method 窗口选择 2414_10,对应的泵流速为 1ml/min 。



5. 在管理员窗口左侧的数据表中设定样品参数(在“Samples”目录下设定),样品的主要参数有以下几部分:

(1) 序号及样品瓶(Vial)的号码;一般自动生成,从“1”开始。

(2) 样品名(Sample Name):即保存实验数据的文件名,可根据样品内容等因素来设定;



(3)进样量 (Inj. Vol μl): 根据需要及仪器要求设定, 一般未知样为 $50\mu\text{l}$, 而标样为 $20\mu\text{l}$;

(4)进样次数 (# of Injs): 根据需要设定, 一般为一次;

(5)样品性质选择 (Function): 点击此框会出现一下拉菜单, 可在此菜单中选择所进样品是标样 (Inject Narrow Standards)、未知样 (Inject Broad Samples) 还是其他的某种样品;

(6)测试方法 (Method Set /Report Method): 应与第 3. 点中“Instrument Method”中的内容相同, 如 2414_10;

(7)运行时间 (Run Time /Minutes): 根据所选柱子测试样品所需时间之和来设定, 一般可设定 40min;

(8)等候时间 (Next Inj. Delay /Minutes): 指测试两只样品之间的间隔时间, 一般可设定 1min;

(9)试样重量 (Sample Weight)

(10)稀释度 (Dilution)

(11)机器水平度 (Level)

(注: 第 (9)~(11) 三项一般不进行设置)

6. 在此数据表中对待测的每个样品都集中进行设置, 设好所有样品。将与设置完全对应的样品放入自动进样器的试样盘, (注意样品瓶号、样品名与试样盘上的标号需严格对应) 待仪器基线稳定后, 点击管理员窗口上部图标中的“Run”图标, 开始实验。实验数据仪器将自动保存在其数据文件菜单中。

(注: 实验测试样品中必须有制备好的标准样品, 以便实验结束后对测试数据进行处理。)

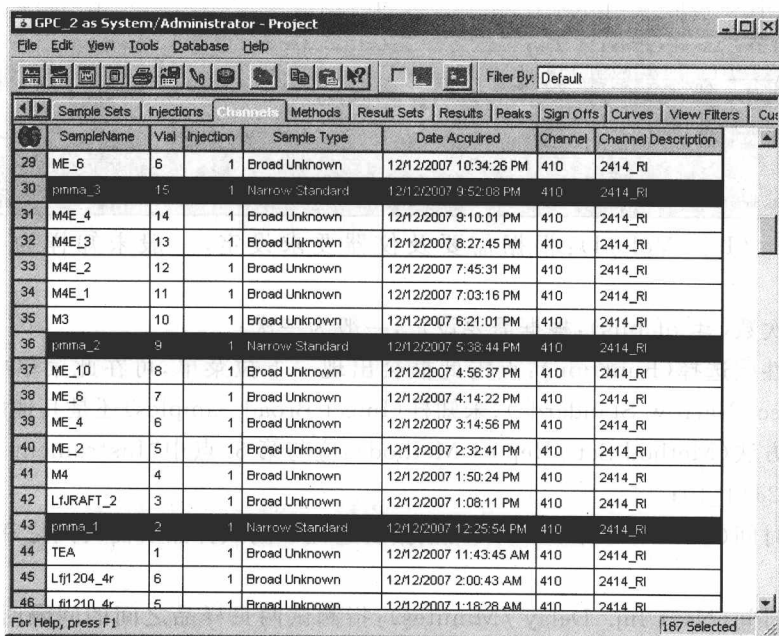
(四) 关机

全部测试结束, 用流动相冲洗仪器半小时以上, 退出控制程序, 取出样品, 关闭仪器电源, 退出 Windows 系统 (约需 5~6 分钟), 关闭计算机电源。

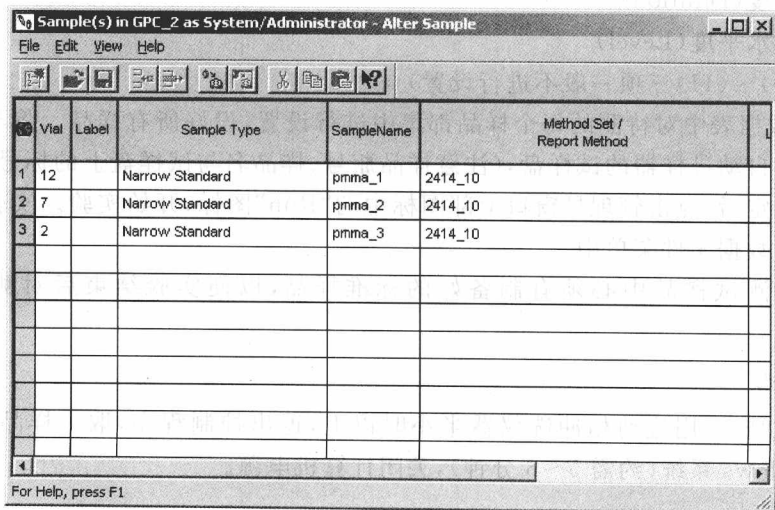
五、数据处理

单击主菜单中“Browse Project”或“Review Data”,可对已测样品的实验数据进行处理,求出所需的数据。从操作角度一般选择“Browse Project”来进行数据处理。具体操作过程为:

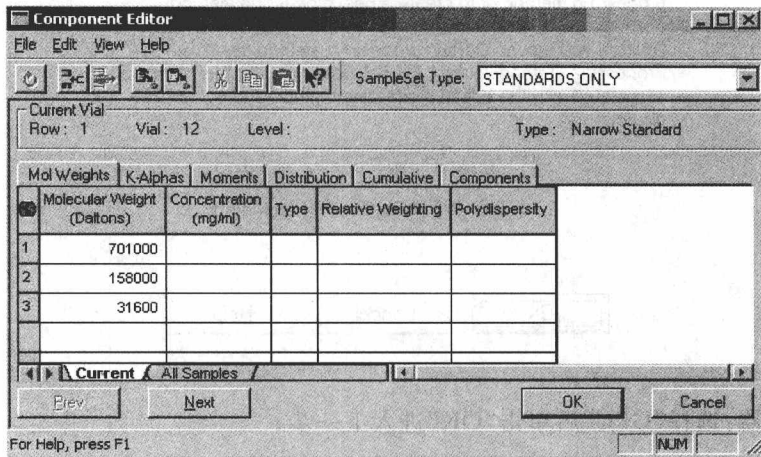
1. 单击“Browse Project”进入控制菜单,在弹出的选择框中选择自己设置的该仪器的工作名称,单击“OK”进入数据文件组;
2. 建立校准曲线:
在“Project”界面,点击“Channels”,同时选中 2~3 个标准样品文件。



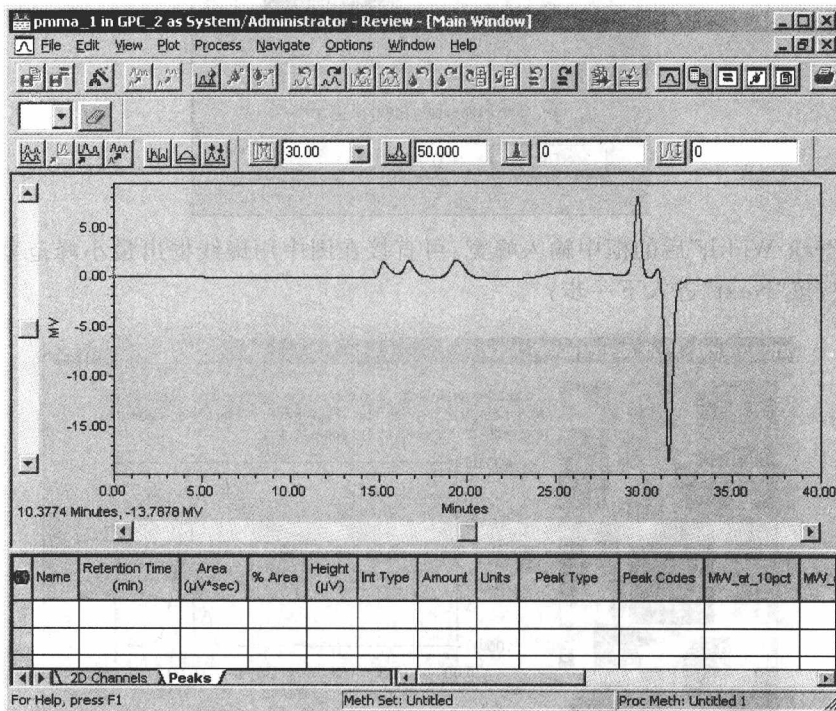
在 Project 页面上, 点击 Alter Sample 按钮, 依次输入标样的分子量。(注: 此时一定要把标样的性质 (Sample type) 改为 Narrow Standard)。



点击 Amount 按钮,在新的界面上点击 Component Editor。输入对应的分子量的值。按 NEXT(界面左下方),输入第二、第三个标样的分子量的值。输入完九个分子量后,SAVE,然后关掉 Project,再打开,然后作标准曲线。

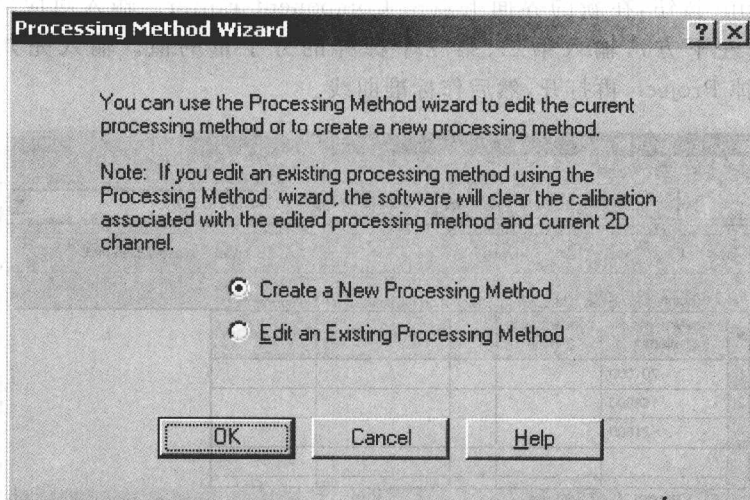


单击鼠标右键,在右键菜单中选择“Review”,显示标样 GPC 图。

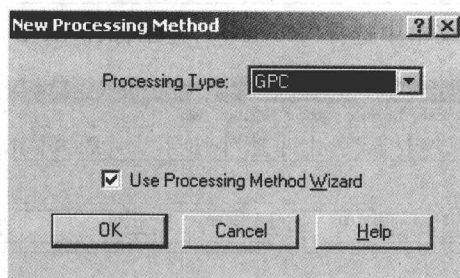


点击屏幕上方工具条中的“Processing Method Wizard”(方法向导)按钮,并按照屏幕提示逐步进行操作:

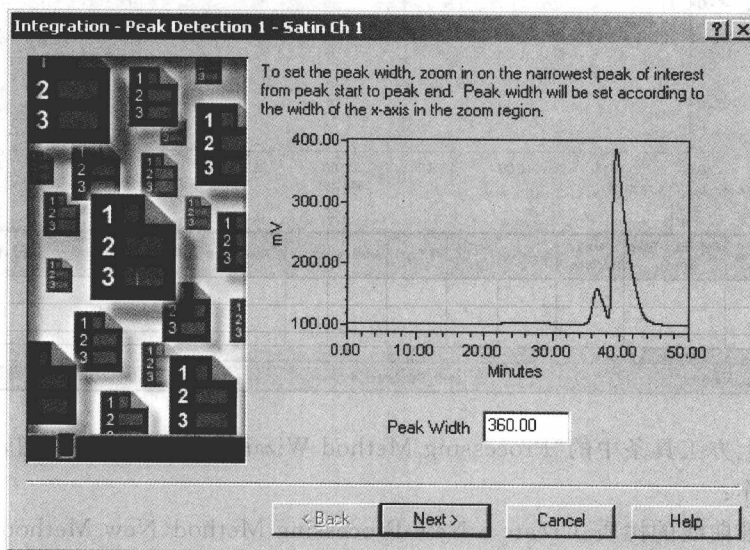
1)选择标准曲线的性质:Create a New Processing Method(New Method);Edit an Existing Processing Method(Existed Method)。



2) 选择仪器：选择“GPC”后单击“OK”进入下一步；



3) 在“Peak Width”后的框中输入峰宽：可直接在图中用虚线框出最小峰范围，取值应小于显示读数，按“Next”进入下一步；



4) 输入阈值(Threshold)，可直接在图中用虚线框出阈值范围，取值应小于显示读数，“Next”。

- 5) 输入开始时间(Start)和结束时间(End),“Next”;
- 6) 输入最小的峰面积(Minimum Area)和峰高度(Minimum Height)(可不填),“Next”;
- 7) 选择“Relative/Universal”、“3rd order”、“Time”,“Next”。
- 8) 输入起始时间(V0),应与(4)中的时间相同,“Next”;
- 9) 最后,输入方法名称(Method Name),操作者及说明,单击“Finish”,建立校准曲线。按图标“Save all”进行数据及曲线保存。

处理完第一个标样后,点击 Next 2D Channel,再点击 Integrate(积分)按钮,在谱图曲线上出来保留时间的值,接着点击 Calibrate 按钮,标样的分子量值则标示在谱图上。

待所有标样处理完后,点击右上角的 Calibration Curve 按钮,出来标准曲线的图形、方程则偏差等。图形下方则标示各分子量数据的偏差(Standard Error),可根据偏差的大小,适当删除其中 %Residual 较大的值,选择 ignore,然后 Save All。

3. 测量数据计算:

在“Project”界面的“Channels”页中选取要进行数据处理的数据文件,单击鼠标右键,在右键菜单中选择“Review”选中。

从窗口菜单中选择:“File”→“Open”→“Processing Method”(调出校正曲线选中一个)→“Open”, (可点击图标“Calibration Curve”查看校正曲线是否存在)

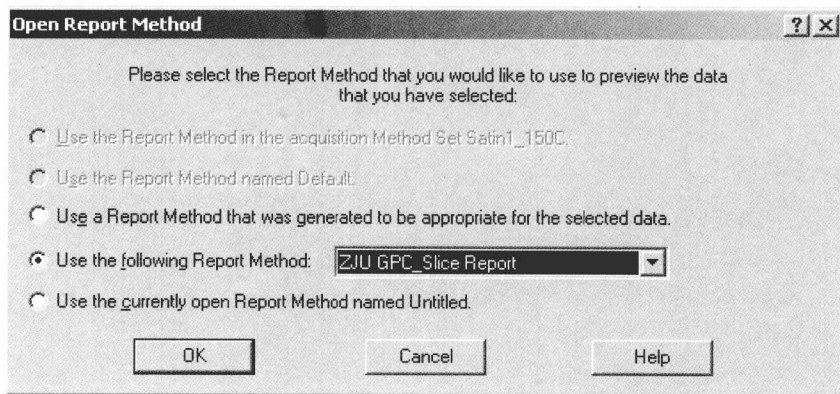
利用“Processing Method Wizard”对数据文件进行计算处理,首先选择文件性质:所列项目的第 2 项(编辑已存在文件),接下来各步骤参照标准曲线的设置过程。

处理完成,屏幕显示样品曲线图后,操作者可对曲线进行手动修改,自行选择需要的峰及峰的范围,删除不需要的峰的数值,点击图标“Quantitate”进行计算,结果显示在曲线图下方的数据表中。按图标“Save all”保存数据。

处理完第一个标品后,接着按 Next 2D Channel,点击按钮(Integrate)积分,在曲线上出来保留时间的值,再点击按钮(Quantitate)进行计算。

看结分起始及结束时间是否合适,可将图形局部放大,可以拖动鼠标进行修改。

4. 计算结果数据文件转换



在“Project”界面的“Results”页中,选中所需数据文件,单击鼠标右键,在出现菜单中选择“Preview/Publisher”(评阅/报告)项,在弹出窗口中选择报告格式→OK→YES→在上层图标中选择“Save”保存数据文件(TXT 文件或 PDF 文件)。

可直接打印文件(PDF 格式),包括切片报告。

当需要调整图形(即编辑),CLOSE,双击 Scaling(图形的 X 轴及 Y 轴范围)。

六、思考题

1. GPC 方法测定分子量为什么属于间接法? 总结一下测定分子量的方法? 哪些是绝对方法? 哪些是间接方法? 其优缺点如何?
2. GPC 实验中某些可能出现的误差,对分子量的影响如何?
3. 有一聚合物查不到其 Mark-Houwink 方程的 K 、 α 值,现已通过分级得到一系列窄分布样品并已测得其相应的 $[\eta]$,能否通过 GPC 法求得该聚合物的分子量分布及 K 、 α 值? 如能,应如何进行?

参考文献

1. 施良和. 凝胶色谱法. 北京: 科学出版社, 1980
2. 麦卡弗里 E L. 高分子化学实验室制备. 北京: 科学出版社, 1981
3. Waters 1525/2418 凝胶渗透色谱仪说明书
4. 郑昌仁. 高聚物分子量及其分布. 北京: 化学工业出版社, 1986
5. 虞志光. 高聚物分子量及其分布的测定. 上海: 上海科学技术出版社, 1984
6. 钱人元. 高聚物的分子量测定. 北京: 科学出版社, 1958