Энгельсский технологический институт (филиал) федерального государственного бюджетного образовательного учреждения
высшего образования
«Саратовский государственный технический университет имени Гагарина Ю.А.»

Кафедра «Технология и оборудование химических, нефтегазовых и пищевых производств»

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК РАСТВОРОВ ПОЛИМЕРОВ МЕТОДОМ СПЕКТРА МУТНОСТИ

Методические указания к лабораторным занятиям
по дисциплине Б.1.3.5.2 «Структура и свойства полимеров»
для студентов направлений

18.03.01 «Химическая технология»

очной, заочной формы обучения

Энгельс 2025

УДК
687.02 ББК

Определение структурных характеристик растворов полимеров методом спектра мутности: / Бычкова Е.В. Методические указания к лабораторным занятиям - Энгельс: Изд-во ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А., 2023. - 18 с.

Рецензент: доцент кафедры ТОХП кандидат технических наук Левкина Н.Л.

В методических указаниях представлена лабораторная работа по изучению свойств дисперсных систем методом светорассеяния, и в частности спектротурбидиметрия (измерение спектра мутности) дисперсных систем, который позволяет определить размеры и концентрации частиц дисперсной фазы в структурированном растворе полимеров.

УДК
687.02 ББК

Одобрено редакционно-издательским советом ЭТИ (филиал) СГТУ имени Гагарина Ю.А.

Брошюра издается в авторской редакции

Цель работы: определение размеров и концентрации частиц дисперсной фазы (надмолекулярных частиц) в структурированном растворе полимера.

1. ОСНОВНЫЕ ПОНЯТИЯ

1.1. Оптические свойства дисперсных полимерных систем

В физической химии высокомолекулярных соединений, в различных отраслях техники и на производстве важное место занимают дисперсные системы. К их числу относятся надмолекулярные и микрогелевые частицы в растворах и студнях полимеров, коллоидная система осажденной полимерной фазы при турбидиметрическом титровании полимерных растворов (метод турбидиметрии используется для анализа молекулярно-массового распределения полимеров), система мономерно-полимерных частиц при эмульсионной полимеризации, система полимерных частиц, образующихся при полимеризации нерастворимого в мономере полимера и т.д.

Эффективным средством изучения свойств дисперсных систем является метод светорассеяния и, в частности, спектротурбидиметрия (измерение спектра мутности) дисперсных систем. Большинство полимерных дисперсных систем относятся к типу ill defined systems («плохо определенных» систем) из-за того, что для них отсутствуют (или очень ограничены) предварительные сведения о структуре системы: диапазоне размеров частиц, их концентрации, показателях преломления частиц дисперсной фазы или дисперсионной среды, степени иммобилизации частицами молекул дисперсионной среды и т.п. Это связано со сложностью структуры таких систем, и, в частности, с возможностью сосуществования различных фаз полимера в растворе: молекулярно-дисперсной фазы и коллоидно-дисперсной фазы надмолекулярных частиц. Количественное соотношение фаз до опыта неизвестно).

Метод спектра мутности, разработанный В.И. Клениным с сотрудниками [1], позволяет характеризовать такие системы, дает возможность определять средние размеры, распределение по размерам частиц дисперсной фазы, определять показатель преломления, числовую и массовую концентрацию коллоидных частиц в структурно-сложных растворах полимеров, при различных воздействиях на систему (изменения температуры, природы растворителя, концентрации полимера в растворе и т.д.).

Метод успешно применяется в практике исследований структуры растворов волокнообразующих полимеров и эпоксидных смол.

1.2. Метод спектра мутности (МСМ)

Под методом спектра мутности обычно понимают ряд построений, использующих данные по зависимости мутности τ системы от длины волны λ падающего света

$$\tau = f(\lambda), \tag{1}$$

которые позволяют получить информацию о рассеивающих частицах.

В МСМ структурно-сложный раствор полимера моделируется коллоидной системой, в которой за дисперсную фазу принимаются агрегаты макромолекул (надмолекулярные частицы), а за дисперсионную среду – истинный раствор макромолекул. Такая модель оправдана в тем большей степени, чем больше световой энергии рассеивается на низкомолекулярные частицы (НМЧ), по сравнению с рассеянием на флуктуациях концентрации единичных макромолекул в растворе.

Экспериментальным критерием преобладающей роли рассеяния от НМЧ может служить визуально наблюдаемая опалесценция раствора или сама возможность измерения оптической плотности полимерных растворов на спектрофотометрах или колориметрах типа спектрофотометр (СФ) и фотоэлектроколориметр (ФЭК).

Общие положения и определения проблемы рассеяния света коллоидными системами

При прохождении светового пучка через кювету с коллоидным раствором дисперсных частиц (рис.1) убыль его интенсивности ($-dI$) на пути dx пропорциональна интенсивности (I_x) у границы интервала x и самому интервалу dx:

$$-dI \sim I_x \cdot dx \tag{2}$$

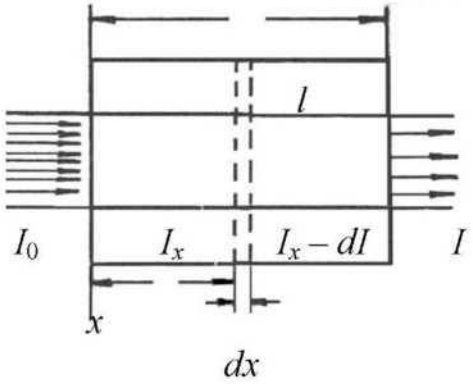


Рис. 1. Схема прохождения света через кювету с коллоидным раствором

При переходе к равенству вводится коэффициент пропорциональности τ, называемый мутностью раствора.

$$dI = -\tau \cdot I_x \cdot dx. \qquad (3)$$

Интегрирование уравнения (3) в пределах от 0 до l (l — длина кюветы) по x и от I_0 до I (интенсивности падающего и прошедшего через кювету пучка света, соответственно) по I_x:

$$\int_{I_0}^{I} \frac{dI}{I_x} = -\int_{0}^{l} \tau \cdot dx \qquad (3')$$

приводит к уравнению Бугера:

$$I = I_0 \cdot e^{-\tau l}. \qquad (4)$$

Физический смысл мутности понятен из уравнения (3): поскольку интенсивность пучка света определяет количество световой энергии, приходящейся на 1 м^2 сечения пучка в 1 секунду (размерность I (Дж/м^2·с), то τ определяет долю световой энергии, рассеянной в окружающее пространство 1 см^3 раствора

$$\tau = -\frac{\Delta I}{I \cdot 1 см}. \qquad (3'')$$

Из (3″) следует размерность мутности τ,см$^{-1}$.

Если в 1 см^3 находится N , см$^{-3}$ частиц, то доля световой энергии, рассеянной одной частицей, характеризуется величиной

$$R = \frac{\tau}{N}, \qquad (5)$$

которая имеет размерность см^2 площади и называется оптическим сечением частицы. Важной величиной, используемой в расчетах, является фактор эффективности или коэффициент рассеяния K, который определяется как отношение R к геометрическому сечению частицы $Q = \pi r^2$ (для шарообразных частиц):

$$K = \frac{R}{\pi r^2}. \qquad (6)$$

Коэффициент рассеяния показывает, насколько эффективно рассеивает данная частица падающую на нее энергию светового потока.

При подстановке выражений τ через R и K в уравнение (4) получаем:

$$I = I_0 \cdot e^{-RNl}; \qquad I = I_0 \cdot e^{-K\pi r^2 Nl}. \qquad (4')$$

Логарифмирование уравнения (4) приводит к следующему 7

$$\tau = \frac{2{,}3}{l} \lg \frac{I_0}{I}, \qquad (7)$$

где 2,3 – переводной коэффициент от нормальных к десятичным логарифмам.

На спектрофотометрах и фотоэлектроколориметрах измеряется оптическая плотность $D = \lg \frac{I_0}{I}$, тогда

$$\tau = \frac{2{,}3 \cdot D}{l}. \qquad (8)$$

Зависимость мутности от длины волны. Спектральная зависимость мутности τ выражается в общем случае уравнением Ангстрема

$$\tau = A \cdot \lambda^{-n}. \qquad (9)$$

Показатель степени длины волны или экспонента длины волны n является, в свою очередь, функцией относительного размера $\alpha = \frac{2\pi r}{\lambda}$ (отношение периметра шарообразной частицы к длине световой волны в среде: $\lambda = \frac{\lambda_{ср}}{\mu_0}$) и относительного показателя преломления частиц $m = \frac{\mu}{\mu_0}$ (μ и μ_0 – показатели преломления частиц и дисперсионной среды, соответственно, r – эквивалентный радиус частиц, $\lambda_{ср}$– среднегеометрическая длина волны использованного диапазона λ).

Логарифмирование уравнения (9):

$$\lg \tau = \lg A - n \lg \lambda \qquad (10)$$

позволяет получить выражение для показателя степени длины волны n, который определяется как производная

$$n = -\frac{\partial \lg \tau}{\partial \lg \lambda} \qquad (11)$$

или как тангенс угла наклона прямоугольного участка построения $\lg \tau - \lg \lambda$

$$n = -\frac{\Delta \lg \tau}{\Delta \lg \lambda}. \qquad (12)$$

Подставляя в уравнение (10) выражение τ из (8), получаем

$$\lg \frac{2{,}3}{l} + \lg D = \lg A - n \lg \lambda. \qquad (13)$$

Обозначим $\lg A' = \lg A - \lg \frac{2{,}3}{l}$ по аналогии с (10):

$$\lg D = \lg A' - n \lg \lambda. \qquad (10')$$

Тогда экспонента выражается

$$n = -\frac{\Delta \lg D}{\Delta \lg \lambda}. \qquad (14)$$

Таким образом, если спектр оптической плотности $D = f(\lambda)$, экспериментально определенный на спектрофотометре и фотоэлектроколориметре, построить в двойном логарифмическом масштабе, то n определяется как тангенс угла наклона прямолинейного участка построения $\lg G - \lg \lambda$ по (14), (рис.2).

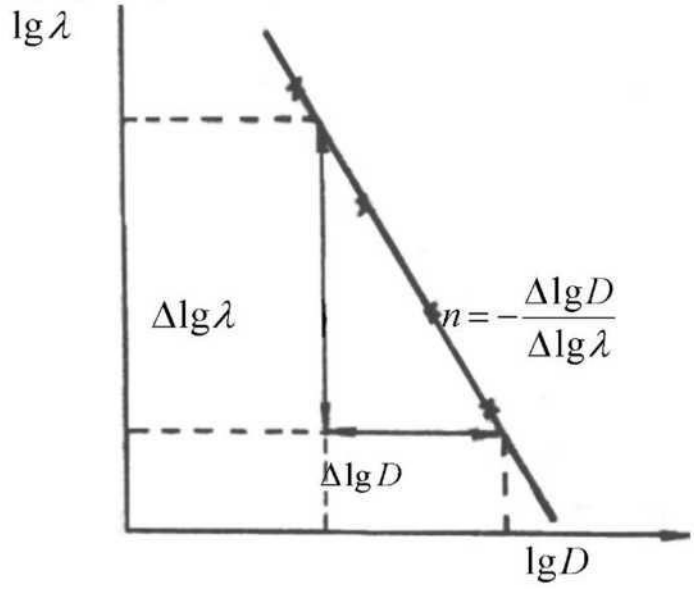


Рис. 2. Пример определения n по зависимости $\lg G - \lg \lambda$

При определении размеров НМЧ по n не требуется знания концентрации рассеивающих свет частиц (она входит в величину $\lg A'$, не влияющую на наклон прямой). Кроме того, в диапазоне размеров $r \leq 0{,}3$ мкм n не зависит от m, что также важно при характеристике НМЧ в полимерных системах.

Определение размера НМЧ. Для определения размера r используют теоретическую зависимость n от α и m (рис.3). Зависимость дана в монографии В.И. Кленина, С.Ю. Щеголева, В.И. Лаврушина [1] для диапазона $1{,}0 \leq m \leq 1{,}30$.

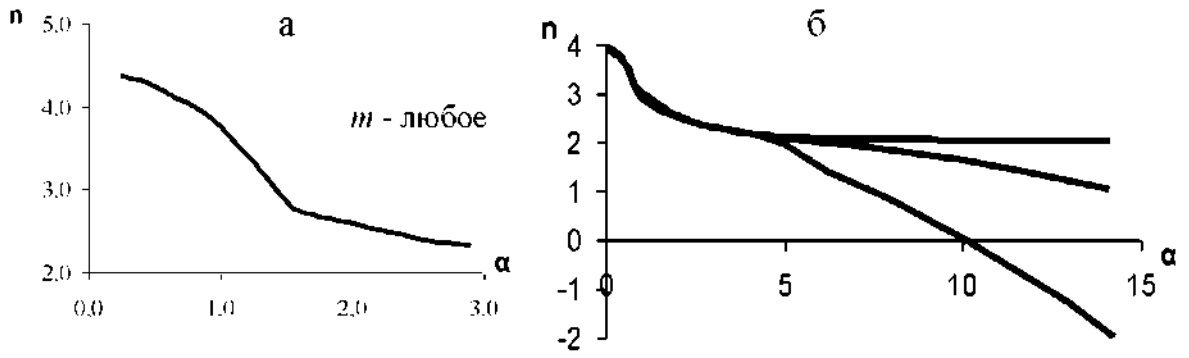


Рис. 3. Зависимость волновой экспоненты $n(\alpha)$:
а – m = любое; б – m = 1,05 / 0,05 / 1,20

По экспериментально определяемому n, используя калибровки $n(\alpha)$ при известном m, находят α и рассчитывают радиус частиц по формуле:

$$\bar{r}_{\lambda} = \frac{\lambda_{cp} \cdot \alpha}{2\pi\mu_0} \quad (\text{мкм}), \qquad (15)$$

где $\bar{r}_{cp}$ – так называемый «лямбда-средний» радиус частиц, близкий к среднемассовому $\bar{r}_{w}$.

Размерность λ_{cp} в формуле (15) в мкм или нм.

Определение числовой концентрации НМЧ. Для определения числа рассеивающих частиц в единице объема используют следующее выражение для N:

$$N = \frac{12{,}6 \cdot \tau \cdot \mu_0^2}{\lambda_{cp}^2 \cdot K \cdot \alpha^2} \quad (\text{см}^{-3}) \qquad (16)$$

Размерность в формуле (16) должна быть в см.

Зависимость K также приведена в монографии В.И. Кленина и др. [1], (рис.4). В формуле (16) значение τ должно соответствовать мутности при выбранной длине волны λ_{cp}.

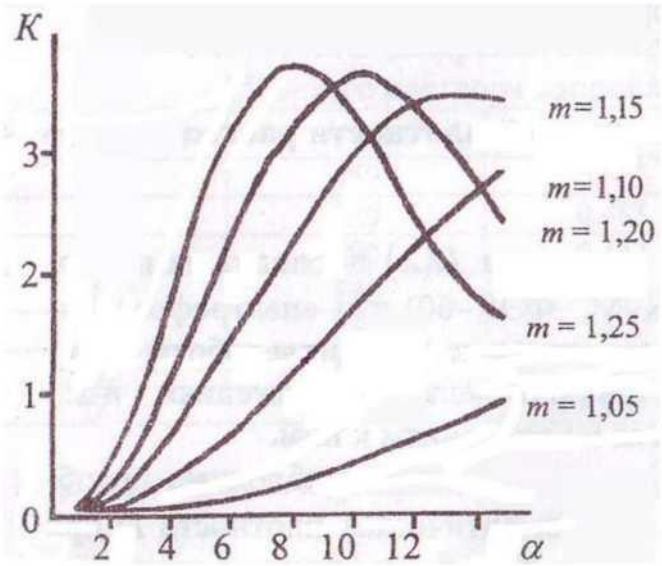


Рис. 4. Зависимость фактора эффективности рассеяния К от α для дискретных значений m = 1,05 / 0,05 / 1,20

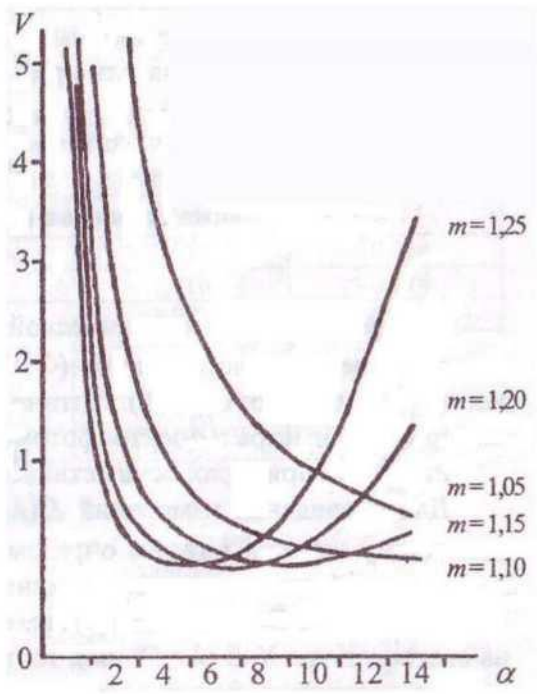


Рис. 5. Зависимость структурного фактора V от α для дискретных значений m = 1,05 / 0,05 / 1,20

Определение массовой концентрации НМЧ. Массовая концентрация частиц в (г/дл) может быть рассчитана по формуле:

$$\widetilde{M} = SV\tau \quad \text{(г/дл)}. \qquad (17)$$

где $S = \dfrac{d \cdot \lambda_{cp}}{2302{,}4 \cdot \mu_0 (m-1) \cdot \lambda_0}$ – функция физических констант системы;

d – плотность полимера , г/см^3;

τ – мутность , см$^{-1}$; при λ_{cp};

λ_0 = 409,4 нм – длина волны зеленой линии ртути в воде при 25^{0}С ;

V – структурный фактор (рис.5). При расчете S, λ_{cp} выражается в нм.

2. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ

2.1. Получение концентрированного раствора полимера

Отмерить 100 мл растворителя (например, концентрированной муравьиной или серной кислоты). Взвесить 20 г полимера (например, поли–ε–

капроамида). Растворить полимер, перемешивая, при комнатной температуре. Определить показатель преломления дисперсионной среды μ_0, измерив показатель преломления раствора на рефрактометре ИРФ-22.

2.2. Измерение спектров оптической плотности растворов

Измерение спектров оптической плотности $D(\lambda)$ проводят на приборах: фотоэлектроколориметрах (ФЭК–М, ФЭК–60) или спектрофотометрах (СФ–4, СФ–16, СФ–26). Оптические схемы и принципы работы фотоэлектроколориметра и спектрофотометра приведены в приложениях 1 и 2.

Работа на приборах осуществляется по описаниям к ним.

Для проведения измерений $D(\lambda)$ предварительно необходимо подобрать длину кюветы l таким образом, чтобы оптическая плотность D при минимальной длине волны (наименьший номер светофильтра) не превышала величины D = 1,5. Например, если измерения проводят на ФЭК–60, на светофильтре № 3 (λ –50 нм), то при l – 10 мм значение D > 1,5 следует считать непригодным для последующих измерений. Следует перелить раствор в кювету меньшей длины: l = 5; 3 или 1 мм. Подобрав нужную длину кюветы, проводят измерения D при светофильтрах № 3–9 ($\lambda = 450-980$нм).

Измерения на ФЭК–60 проводят следующим образом. Проверить правильность установки фотоэлемента СЦВ 4. Включить прибор в сеть. Дать прогреться прибору 15–20 минут. Установить нуль прибора по гальванометру, предварительно закрыв диафрагму левого пучка вращением барабана к себе до упора. Установить в кюветодержатели кюветы с раствором и растворителем. Установить светофильтр № 3. Ввести в правый пучок света кювету с раствором. Стрелка гальванометра отклонится. Вращением левого барабана от себя установить щель, соответствующую нулевому показателю гальванометра. Вращением правого барабана ввести в пучок света кювету с растворителем. Стрелка гальванометра отклонится. Затем вращением отсчетного (центрального) барабана вывести стрелку гальванометра на нуль. Записать соответствующее значение D, считываемое с отсчетного барабана. Аналогично провести измерения D для светофильтров № 4 и №5.

Для проведения дальнейших измерений нужно сменить фотоэлемент. Для этого необходимо выключить прибор из сети. Открыть крышку, отвернуть 3 винта и осуществить доступ к фотоэлементу. Снять металлический кожух (предохранитель) с фотоэлемента. Осторожно вынуть фотоэлемент СЦВ 4 и вставить фотоэлемент ЦВ 4 (положительным (+) электродом вверх). Одеть металлический предохранитель на фотоэлемент. За-

вернуть болтами крышку. Включить прибор в сеть. Дать прогреться 5–10 минут. Вновь установить ноль прибора и проводить измерения для светофильтров № 6 – 9 так же, как описано выше. Экспериментальные данные записывают в таблицу по приведенной форме.

Результаты измерения спектров оптической плотности 15%-ного раствора капрона (из волокна) в HCOOH

№ светофильтра	λ, *нм*	D	$\lg\lambda$	$\lg D$
3	450	0,611	2,653	–0,214
4	520	0,485	2,716	–0,314
5	590	0,432	2,771	–0,364
6	670	0,430	2,826	–0,366
7	750	0,410	2,875	–0,387
8	870	0,382	2,940	–0,418
9	980	0,380	2,991	–0,420

Длина кюветы в данном опыте составляла 1 см.

2.3. Расчет размеров и концентрации НМЧ

На основе данным таблицы покажем пример расчета $\bar{r}_\lambda$, N и $\widetilde{M}$. На миллиметровой бумаге строят график зависимости $\lg D - \lg\lambda$. Практика показывает, что наиболее удобным масштабом для такого построения является для $\lg D$ – 0,1 ед. в 1 см, а для $\lg\lambda$ – 0,2 ед. в 5 см. При массовых измерениях спектров оптической плотности и большом числе соответствующих построений, целесообразно предварительно провести на миллиметровке тонкие линии, соответствующие значениям $\lg\lambda$ и на них наносить точки, соответствующие значениям $\lg D$.

По наклону прямой $\lg D - \lg\lambda$ находят экспоненту длины волны $n = -\dfrac{\Delta \lg D}{\Delta \lg\lambda}$ (рис.2). Экспериментальное значение n–*0,32* (по данным таблицы).

Для проведения дальнейших расчетов и применения нужных калибровок необходимо знание (или оценка) относительного показателя преломления. Показатель преломления ($\mu = 1{,}53$) и плотность капрона

($d = 1{,}13$ г/см^3) известны из литературы (см., например: Энциклопедия полимеров - М.: Советская энциклопедия, 1977. В 3 т. Т.1. С.937). Измерение показателя преломления дисперсионной среды дает значение $\mu_0 = 1{,}41$. Тогда относительный показатель преломления:

$$m = \frac{\mu}{\mu_0} = \frac{1{,}53}{1{,}41} = 1{,}08.$$

Из графиков на стр. 6-7 для m = 1,08 при n = 0,32 находим: $\alpha = 23{,}5$; K – 3,354; V – 1,121.

τ для средней длины волны $\lambda = 670$ нм:

$$\tau = \frac{2{,}3 \cdot D}{l} = \frac{2{,}3 \cdot 0{,}43}{1{,}0} = 0{,}99 \ \ (\text{см}^{-1}).$$

Полученные значения α, K, V, τ, $\lambda_{ср}$ b μ_0 подставляем в формулы (15–17) расчета $\bar{r}_\lambda$, N, $\widetilde{M}$:

$$\bar{r}_\lambda = \frac{\alpha \cdot \lambda_{ср}}{2\pi\mu_0} = \frac{23{,}5 \cdot 670}{2 \cdot 3{,}14 \cdot 1{,}41} = 1780 \ (\text{нм}) - 1{,}78 \ (\text{мкм}).$$

$$N = \frac{12{,}6 \cdot \tau \cdot \mu_0^2}{\lambda_{ср}^2 \cdot K \cdot \alpha^2} = \frac{12{,}6 \cdot 0{,}99 \cdot (1{,}41)^2}{(670 \cdot 10^{-7})^2 \cdot 3{,}354 \cdot (23{,}5)^2} = \frac{24{,}77}{83{,}15 \cdot 10^{-7}} = 3{,}0 \cdot 10^6 \ \ (\text{см}^{-3}).$$

$$\widetilde{M} = S \cdot V \cdot \tau = \frac{d \cdot \lambda_{ср}}{2302{,}4 \cdot \mu_0 (m-1) \cdot \lambda_0} \cdot V \cdot \tau = \frac{1{,}13 \cdot 670}{2302{,}4 \cdot 1{,}41 \cdot 0{,}08 \cdot 409{,}4} \cdot 1{,}121 \cdot 0{,}99 =$$

$$= 0{,}007 \cdot 1{,}121 \cdot 0{,}99 = 0{,}00776 = 7{,}8 \cdot 10^{-3} \ (\text{г/дл}).$$

В заключение следует обратить внимание на возможность применения метода спектра мутности для исследования дисперсности гетерофазных эпоксидных композиций и процессов фазового разделения системы эпоксидный полимер – модификатор.

3. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА

1. Письменный отчет о работе должен содержать описание методики проведения опытов, таблицу результатов измерений и значения всех характеристических функций светорассеяния и параметров ПМЧ в растворе.

2. Устный отчет проводится в объеме вопросов для самопроверки и списка цитируемой литературы.

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ

1. К разряду каких физических методов относится метод спектра мутности?
2. Для каких систем применяется метод спектра мутности?
3. Какая модель системы принята в методе?
4. Что такое мутность, оптическая плотность, и как они связаны между собой?
5. Каковы размерности мутности среднего радиуса и концентрации частиц?
6. Как определяется относительный показатель преломления?

На каких приборах осуществляется определение спектров мутности?

ЛИТЕРАТУРА

1. Луков, В. В. Физические методы исследования в химии [Электронный ресурс] : учебное пособие / В. В. Луков, И. Н. Щербаков. — Электрон. текстовые данные. — Ростов-на-Дону : Южный федеральный университет, 2016. — 216 с. — 978-5-9275-2023-7. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/78713.html
2. Каныгина, О. Н. Физические методы исследования веществ [Электронный ресурс] : учебное пособие / О. Н. Каныгина, А. Г. Четверикова, В. Л. Бердинский. — Электрон. текстовые данные. — Оренбург : Оренбургский государственный университет, ЭБС АСВ, 2014. — 141 с. — 2227-8397. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/33663.html
3. Ананьев, М. В. Теоретические и экспериментальные методы исследования в химии [Электронный ресурс] : учебно-методическое пособие / М. В. Ананьев ; под ред. Ю. П. Зайков. — Электрон. текстовые данные. — Екатеринбург : Уральский федеральный университет, ЭБС АСВ, 2015. — 76 с. — 978-5-7996-1468-3. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/65989.html
4. Латышенко, К. П. Методы исследований процессов и материалов [Электронный ресурс] : практикум / К. П. Латышенко. — 2-е изд. — Электрон. текстовые данные. — Саратов : Вузовское образование, 2019. — 197 с. — 978-5-4487-0400-0. — Режим доступа: http://www.iprbookshop.ru/79646.html

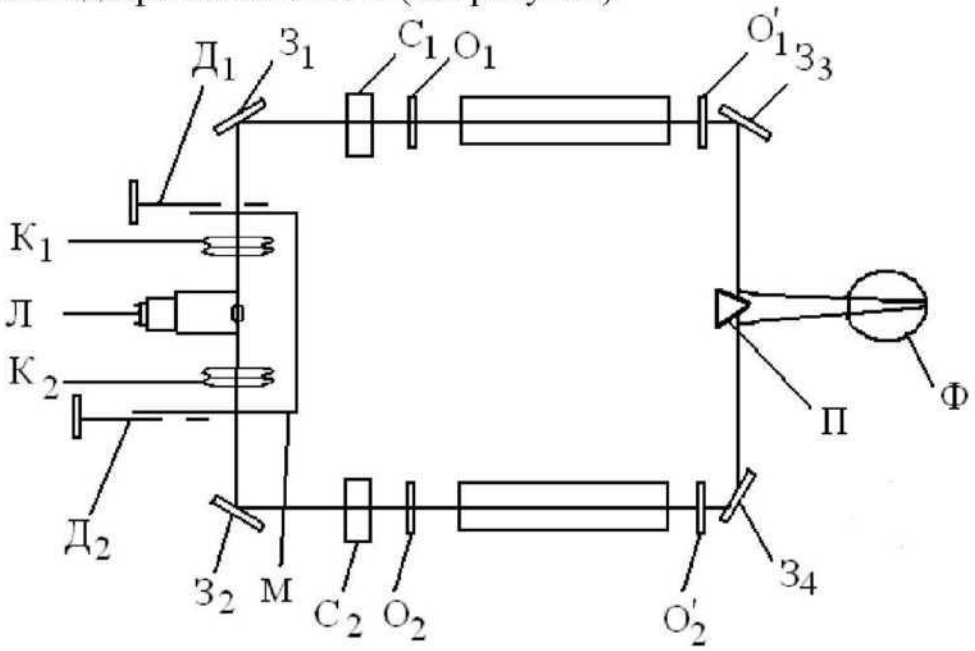
Аскадский, А. А. Структура и свойства полимерных строительных материалов : учебное пособие / А. А. Аскадский, М. Н. Попова. — Москва : Московский государственный строительный университет, ЭБС АСВ, 2013. — 203 с. — ISBN 978-5-7264-0726-5. — Текст : электронный // Электронно-библиотечная система IPR BOOKS : [сайт]. — URL: https://www.iprbookshop.ru/20038.html

Приложение 1

ОПТИЧЕСКАЯ СХЕМА И ПРИНЦИП РАБОТЫ ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРА

Оптическая схема

Нить лампы Л с помощью двух конденсоров $К_1$ и $К_2$ и двух зеркал $З_1$ и $З_2$ изображается на линзах $О_1$ и $О_2$. Эти изображения нити лампы проектируются линзами $О_1$ и $О_2$, сводятся зеркалами $З_3$ и $З_4$ и призмой П в плоскость фотокатода фотоэлемента Ф (см. рисунок).



Оптическая схема фотоэлектроколориметра ФЭК-60

Модулятор М, помещенный за конденсорами, модулирует световые потоки, правый и левый, в противофазе. Модулированные световые потоки, пройдя светофильтры и кюветы, попадают на фотокатод фотоэлемента и возбуждают переменный электрический ток, пропорциональный разности световых потоков левой и правой ветвей прибора.

В правый световой пучок включаются последовательно одна или другая кюветы (с раствором и с растворителем).

Для уменьшения чувствительности прибора в оба плеча включаются нейтральные светофильтры из прилагаемого комплекта. В этом случае светофильтр в оправе надевается на оправу линз $О_1$ и $О_2$.

Щелевая диафрагма $Д_1$, расположенная в правом пучке (измерительном), при вращении связанного с ней барабана изменяет свою площадь и тем самым изменяет интенсивность правого светового потока, падающего на фотоэлемент. Щелевая диафрагма $Д_2$, расположенная в левом пучке, служит для ослабления интенсивности левого светового потока, падающего на тот же фотоэлемент.

Принцип работы

Прибор ФЭК-60 относится к типу объективных приборов, в основу действия которых положен принцип уравнения интенсивности двух световых модулированных потоков при помощи переменной щелевой диафрагмы. Правый световой пучок является измерительным, левый - компенсационным.

Коэффициент светопропускания среды (τ) определяется отношением величины светового потока излучения длиной волны λ $(\Phi \times \lambda)$, вышедшего из среды, к величине светового потока излучения той же длины волны λ $(\Phi_0 \times \lambda)$, вошедшего в среду:

$$\tau = \frac{\delta \times \lambda}{\delta_0 \times \lambda} \times 100\%.$$

В случае работы с растворами на всех фильтровых колориметрах-нефелометрах измеряется светопропускание исследуемого раствора по отношению к растворителю или контрольному раствору; при этом измерение светопропускания исследуемого раствора по отношению к растворителю называется абсолютным измерением, а измерение величины светопропускания исследуемого раствора по отношению к контрольному раствору – относительным измерением.

На приборе это отношение определяется следующим образом.

В правый световой пучок помещают кювету с исследуемым раствором. Правая измерительная диафрагма при этом полностью открыта (отсчет 100 по шкале светопропускания). Изменяя площадь левой щелевой диафрагмы, уравнивают интенсивности обоих световых потоков, при этом стрелка микроамперметра приводится в нулевое положение. Затем кювета с раствором в правом плече заменяется такой же кюветой с растворителем или контрольным раствором, но более прозрачным, чем измеряемый раствор. Вращая барабан измерительной диафрагмы, уменьшают интенсивность правого светового потока до первоначальной, то есть вновь подводят стрелку микроамперметра к нулевому положению. Получаемый отсчет по шкале измерительной диафрагмы будет соответствовать отношению величины светового потока, прошедшего через растворитель или контрольный раствор ($\Phi_0 \times \lambda$), и дает значение светопропускания раствора по отношению к растворителю или контрольному раствору.

Использование прибора для нефелометрических определений основано на принципе измерения направленного светопропускания исследуемого раствора. Другими словами, определение светорассеяния осуществляется косвенно по светопропусканию мутного раствора по отношению к прозрачному растворителю или к воде.

Светорассеяние растворов со слабой мутностью, светопропускание которых незначительно отличается от светопропускания растворителя, на данном приборе определить нельзя.

Приложение 2

ПРИНЦИП ДЕЙСТВИЯ И СХЕМА СПЕКТРОФОТОМЕТРА

Принцип действия

Спектрофотометр СФ-26 служит для измерения коэффициента пропускания исследуемого образца Т, равного отношению интенсивности потока излучения J, прошедшего через измеряемый образец, к интенсивности потока излучения J_0 падающего на измеряемый образец (или прошедшего через контрольный образец, коэффициент пропускания которого принимается за единицу, например, воздух) и выражается формулой:

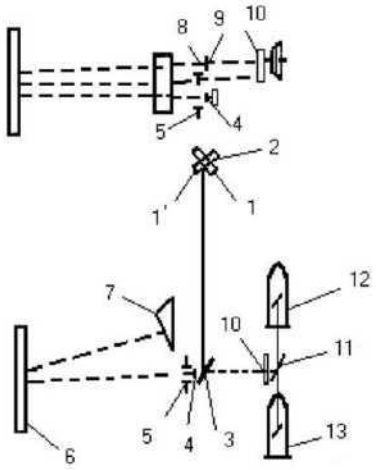
$$T = \frac{J}{J_0}.$$

Измерение производится по методу электрической автокомпенсации. В монохроматический поток излучения поочередно вводятся контрольный и измеряемый образцы. При введении контрольного образца стрелка измерительного прибора устанавливается на деление 100% регулировкой ширины щели, и величину установившегося при этом светового потока принимают за 100% пропускания. При введении в поток излучения измеряемого образца стрелка измерительного прибора отклоняется пропорционально изменению потока, величина коэффициента пропускания отсчитывается по шкале, отградуированной в процентах пропускания или единицах оптической плотности.

Оптическая схема

Оптическая схема монохроматора – автоколлимационная.

Излучение от источника 1 (см. рисунок) или 1′ попадает на зеркальный конденсор 2, который направляет его на плоское поворотное зеркало 3 и дает изображение источника излучения в плоскости линзы 4, расположенной вблизи входной щели 5. Прошедшее через входную щель излучение падает на зеркальный объектив 6 и, отразившись, параллельным пучком направляется на призму 7. Пройдя через призму под углом, близким к углу наименьшего отклонения, и отразившись от ее алюминированной грани, диспергированный пучок направляется обратно на объектив и фокусируется им на выходной щели 8, расположенной над входной щелью. При вращения призмы монохроматическое излучение различных длин волн проходит измеряемый образец, линзу 10 и с помощью поворотного зеркала 11 собирается на светочувствительном слое из фотоэлементов 12 или 13.



Оптическая схема спектрофотометра Сф-26

Объектив представляет собой сферическое зеркало с фокусным расстоянием 500 мм.

Диспергирующая призма имеет преломляющий угол 30°, основание 30мм и эффективный диаметр 44 мм. Призма, линзы и защитные пластинки изготовлены из кварцевого стекла с высоким коэффициентом пропускания в ультрафиолетовой области спектра.

Для обеспечения работы спектрофотометра в широком диапазоне спектра используются два фотоэлемента и два источника излучения сплошного спектра. Сурьмяно-цезиевый фотоэлемент с окном из кварцевого стекла применяется для измерения в области спектра от 186 до 650нм, кислородно-цезиевый фотоэлемент - для изменения в области спектра от 600 до 1100 нм. Длина волны, при которой следует переходить от измерения с одним фотоэлементом к измерениям с другим фотоэлементом, указывается в паспорте спектрофотометра.

Дейтериевая лампа предназначается для работы в области спектра от 186 до 350 нм, лампа накаливания для работы в области спектра от 340 до 1100 нм. Для проверки градуировки используется ртутно-гелиевая лампа.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СТРУКТУРНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК РАСТВОРОВ ПОЛИМЕРОВ МЕТОДОМ СПЕКТРА МУТНОСТИ

Методические указания