

显微熔点仪测定高聚物的熔点

所属实验课程：《高分子物理实验》、《综合性课程设计》

一、概述

显微熔点测定仪广泛应用于医药、化工、纺织、橡胶等方面的生产化验、检验。所谓熔点是指结晶高聚物受热到一定温度后，晶格被破坏，固体被融化成流体时的温度。结晶聚合物如尼龙、聚烯烃、聚酯等材料，是晶相与非晶相共同存在的聚合物，他们不像低分子物质一样有一个明显的熔点，而是一个熔融范围。

二、实验目的

1. 了解熔点测定的意义；
2. 熟悉熔点测定仪的结构和使用方法；
3. 学会用显微熔点测定仪测定结晶聚合物的熔点，并观察聚合物的熔融过程。

三、仪器、药品

结晶高聚物样品；无水乙醇、显微熔点仪（附载玻片盖玻片）、剪刀、镊子、脱脂棉。

四、实验原理

显微熔点测定仪，由目镜、棱镜、物镜、反射镜、热台组光学件、滤色片、偏光元件等组成。其光学原理：利用反光镜元件引进光源，照亮被测物体，经过显微物镜放大，在目镜线视场里可以清晰的看到从固态到液态熔融时的全过程。利用偏光元件可以观察各晶体物质的熔融状况。热台组光学元件主要功能是隔绝外界干涉，尽可能防止热台腔内散热及存放被测物质。棱镜元件使目镜光路相对于物镜光路旋转 135°C ，这使操作者可以坐着使用仪器。例如，用白炽灯照明时，红光太强，用蓝滤色片减少红光的透过，让蓝光透过多为好，用日光灯照明时，可以不用滤色片，因为日光灯的光谱近似于太阳光谱。

因此，要测物质的温度时，只要在两片玻璃片之间放入被测物质，一起放在热台腔内。使被测物质放在热台孔之间，再盖上隔热片，旋转反光镜，使光线照亮热台小孔，上下移动工作台。约在 18mm 处时慢慢移动，从目镜视野里能清晰地看到被测物质为止。然后插上电源，观察显微镜下物质的状态。（盖薄片用 22

mm × 22 mm × 0.17 mm，载玻片用 21 mm × 26 mm × 0.5 mm) 这样就能测出物质熔融时的温度。

五、试验步骤

1. 对新购仪器，电源接通，开关打到加热位置，从显微镜中观察热台中心光孔是否处于视场中，若左右偏，可左右调节显微镜来解决。前后不居中，可以松动热台两旁的两只螺钉，注意不要拿下来，只要松动就可以了，然后前后推动热台上下居中即可，锁紧两只螺钉。

2. 进行升温速率调整，这可用秒表式手表来调整。在秒表某一值时，记录下这时的温度值，然后，秒表转一圈（一分钟）时再记录下温度值。这样连续记录下去，直到你所要求测量的熔点值时，其升温速率为 1℃/分。太快或太慢可通过粗调和微调旋钮来调节。注意即使粗调和微调旋钮不动，但随着温度的升高，其升温速率会变慢。

3. 测温仪的传感器上，把其插入热台孔到底即可，若其位置不对，将影响测量准确度。

4. 要得到准确的熔点值，先用熔点标准物质进行测量标定。求出修正值。（修正值=标准值—所测熔点值），作为测量时的修正依据。注意：标准样品的熔点值应和你所需的样品熔点值越接近越好。这时，样品的熔点值=该样品实测值+修正值）。

5. 对待测样品要进行干燥处理，或放在干燥缸内进行干燥，粉末要进行研细。

6. 一般采用两片载玻片中间放置样品。当采用载—盖玻片测量时，建议将盖玻片（薄的一块）放在热台上，放上药粉，再放上载玻片测量。

7. 盖上隔热玻璃。

8. 松开显微镜的升降手轮，参考显微镜的工作距离，上下调节显微镜，直到从目镜中能看到热台中央的待测物品轮廓时锁紧该手轮；然后调节调焦手轮，指导能清晰地看到待测物品的像为止。

9. 打开调压测温仪的电源开关。（注意：测试操作过程中，熔点热台属于高温部件，一定要使用镊子夹持放入或取出样品，严禁用手触摸，以免烫伤！）

10. 根据被测物品的熔点温度值，控制调温手钮 1 或 2，以其在达到被测物品熔点前的升温过程中，前段（距熔点 40℃左右）升温迅速（全部最高电压加

热)、中段(距熔点 10°C 左右)升温减慢,后段(距熔点 10°C 以下)升温平稳(约每分钟升温 1°C)。

11. 观察被测物品的熔化过程,记录初熔和全熔时的温度值,用镊子取下隔热玻璃和载玻片,完成一次测量。在数字温度显示最小一位(如 8 和 7 之间跳动时)应读为 8.5°C 。连续重复测量 3 次,按照 3 次的平均值计算熔点值。

12. 在重复测量时,开关处于中间关的状态,这时加热停止。将散热器放在热台上,使温度降至熔点值 40°C 以下时,放入样品,开关打到加热时,即可进行重复测量。

13. 测试完毕,应切断电源,当热台冷却到室温时,方可将仪器装入包箱内。

14. 用过的载玻片可用乙醚擦拭干净,以备下次使用。

六、讨论题

1. 为什么测熔点过程中不同的阶段要进行升温速度的调节?
2. 待测样品为什么要进行干燥处理?