

基本操作—熔点测定



一、实验目的

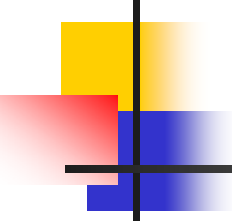
- 了解熔点测定的意义和用途
- 掌握齐氏管法测定熔点的操作方法
- 了解其他熔点测定方法



二、实验原理

- 固体物质在大气压下加热融化时的温度，称为熔点。严格地讲，熔点是固体物质在大气压下达到固液两态平衡时的温度。

纯净的固体有机化合物一般都有固定的熔点，固液两相之间的变化非常敏锐，从初熔到全熔的温度范围称熔距或熔程，一般不超过 $0.5\sim 1^{\circ}\text{C}$ （除液晶外）。当混有杂质后，熔点就有显著的变化，熔点降低，熔距扩大。因此



通过测定熔点可以鉴别未知的固态有机化合物和判断有机化合物的纯度。

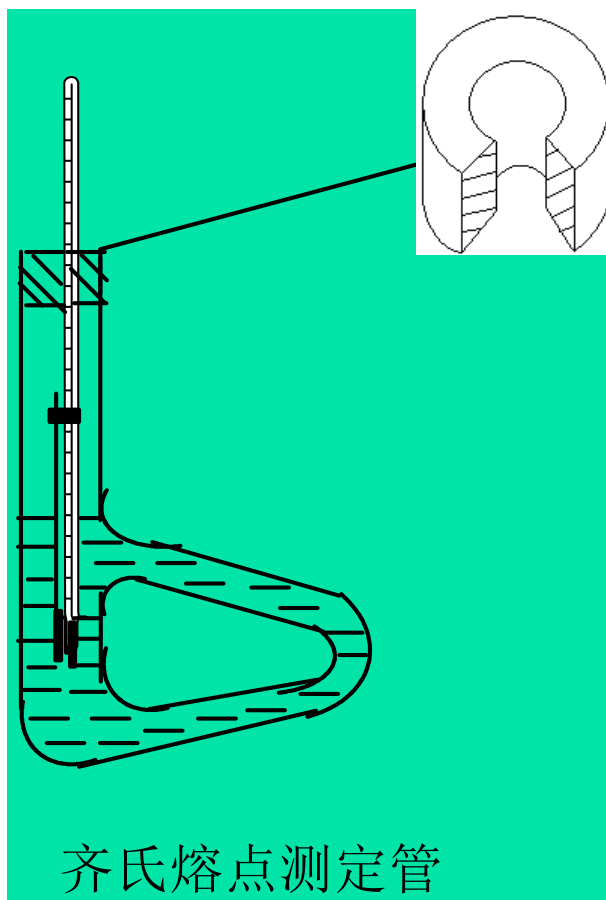
- 如果两种固态有机物具有相同或相近熔点，可以采用混合熔点法来鉴别它们是否为同一化合物。若是两种不同化合物，通常会使熔点下降（也有例外），如果是相同化合物则熔点不变。

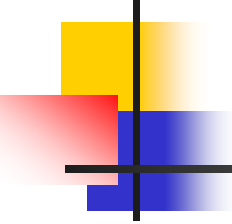


三、实验装置

- 齐氏管法测定熔点最常用的仪器是齐氏管（有时也用双浴式测定熔点），见下图，将其固定在铁架台上，倒入导热油，使液面在齐氏管的叉管处，管口安装插有温度计的开槽塞子，毛细熔点管通过导热液粘附或用橡皮圈套在温度计上（注意橡皮圈应在导热油液面之上），使试样位于水银球的中部，然后调节温度计位置，使水银球处于齐氏管上下叉管中间，因为此处对流循环好，温度均匀。

熔点测定装置图



- 
-
- 其他测定方法：
WRS-1B数字式熔点仪
显微式熔点测定仪
IA9100半自动熔点仪



四、实验试剂与器材

- 试剂

石蜡油；乙酰苯胺；萘；苯甲酸；水杨酸

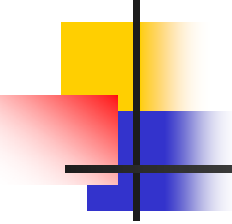
- 器材

齐氏管；精密温度计；毛细管等



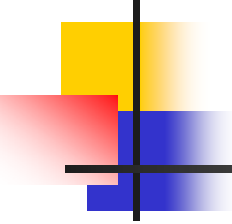
五、实验操作

- 毛细管：外径1—1.2mm
- 装样：将.1-.2克干燥、碾碎的试样在表面皿上聚成一堆，将熔点管开口端垂直插入试样堆二~三次，再把熔点管竖立起来在桌面上墩几下，然后把口向上的毛细管放入长约40 ~50厘米垂直于桌面的玻璃管中，使其自然掉下落在表面皿上，重复几次使样品装得均匀、结实，样品高度为2 ~3mm。未知样装三根管，乙知



样装两根管。

- 测定：齐氏管中倒入导热油，如上图将毛细管、温度计安装好。小火在齐氏管分叉叉口的另一端加热，粗测升温速度 $5 \sim 6^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，至融化，得近似熔点。热浴冷至熔点以下 $10 \sim 15^{\circ}\text{C}$ 时，在冷却的同时重新装样开始精测。精测时，开始升温速度为 $5 \sim 6^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，当离近似熔点 $10 \sim 15^{\circ}\text{C}$ 时，调整火焰，使升温速度约为 $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，当试样开始塌落、润湿时为初熔点，当全部



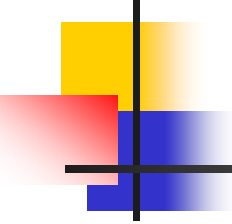
透明呈溶液状时为终熔点，记下初熔和终熔的温度及两者之差熔程。

- 已知样测两次，未知样测三次，一次粗测、两次精测。实验时测一个已知样，一个未知样。
- 写报告时应将初熔温度，终熔温度及熔程分别写上。



六、注意事项

- 常用导热油有液体石蜡、甘油、硫酸和硅油等，往往根据待测物的熔点而定。注意在倒入导热油前齐氏管一定要干燥。
- 导热油不宜加得太多，因其受热后要膨胀，以防止热导热油逸出引起危险。
- 每一次测定必须用新装样品的毛细熔点管，不能使用已测过熔点的样品管。因为有些物质加热后会发生部分分解，有些会转变成具有不同熔点的其他晶型，不同晶型的相同物质常常有不同熔点。

- 
-
- 已知样品可以采用学生自己重结晶实验后的产品如乙酰苯胺，也可向教师领取。
 - 导热油使用后倒回回收瓶回收。