

苏州大学实验报告

院、系 材料与化学化工学部 年级专业 08高分子 姓名 邱田 学号 0809408041
课程名称 有机化学实验 成绩 _____
指导教师 葛 同组实验者 _____ 实验日期 2010.9.9

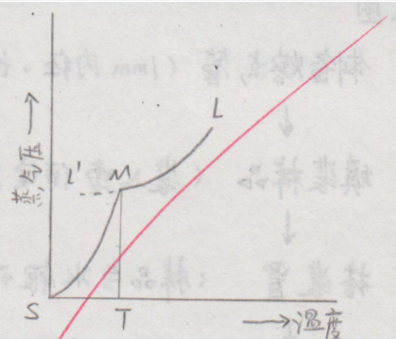
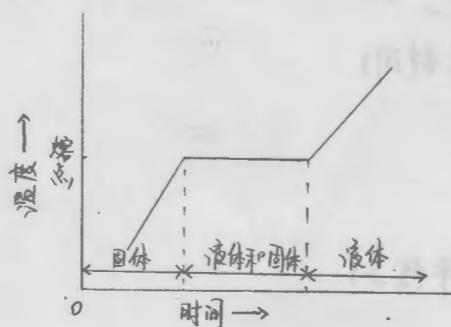
实验名称 熔点的测定

一. 实验目的

1. 了解熔点测定的原理和意义.
2. 掌握毛细管测定熔点的操作.

二. 实验原理

熔点是固体有机化合物非常重要的物理常数之一。通常是指晶体物质受热由固态转变为液态时的温度。严格定义是指在一个大气压下物质固-液两态平衡时的温度。理论上它应是一个点,但实际测定这一点,有一定的困难,一般测得的是一个温度范围,即从开始熔化(初熔)至完全熔化(全熔)时的温度,该范围称为熔点范围,简称为熔程或熔距。



实验过程中,初熔是指晶体的尖角和棱边变圆时的温度,全熔是指晶体刚好全部熔化时的温度。一般情况下,纯品有固定的熔点,熔程不超过 $0.5 \sim 1^\circ\text{C}$ 。而混有杂质时,熔点下降,熔距拉长。

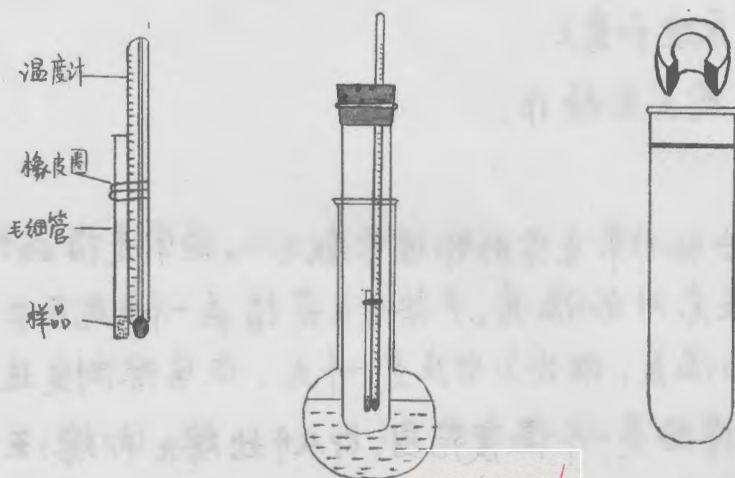
毛细管法是测定熔点的经典方法,通常是指利用装有样品的毛细管在双浴式熔点测定器中加热来测熔点。

三. 实验仪器和药品

1. 仪器：温度计、双浴式熔点测定器、熔点毛细管、酒精灯、开口软皮塞、表面皿、打孔器、剪刀、圆锉、玻璃棒、玻璃管。
2. 药品：对二氯苯、苯甲酸。

四. 实验操作

1. 实验装置



2. 流程图

制备熔点管 (1mm 内径, 长 60~70mm, 一端封闭)



填充样品 (装入要结实, 研细)



搭装置 (样品与水银球处于同一水平线上)



第一次粗测熔点 (可快速加热)



第二次细测熔点 (缓慢加热, 50°C 前 1~2°C/min, 接近时, 移开煤气灯)



实验结束, 整理仪器

苏州大学实验报告

院、系 _____ 年级专业 _____ 姓名 _____ 学号 _____

课程名称 _____ 成绩 _____

指导教师 _____ 同组实验者 _____ 实验日期 _____

实验名称 熔点的测定

五. 实验结果

1. 所测药品的熔点, 理论值.

对-氯苯: 53.1°C ; 苯甲酸: 121.7°C

2. 测定值

试样	测定值	
	初熔	全熔
对-氯苯	51.8°C	54.4°C
苯甲酸	119.2°C	123.8°C

3. 误差计算

对-氯苯: $T_{\text{测}} = \frac{51.8 + 54.4}{2} = 53.1^{\circ}\text{C} = T_{\text{理}}$, $w\% = 0\%$

苯甲酸: $T_{\text{测}} = \frac{119.2 + 123.8}{2} = 121.5^{\circ}\text{C}$, $w\% = \frac{121.5 - 121.7}{121.7} = -0.16\%$

六. 思考题

1. 如何验证两种熔点相近的物质是否为同一纯净物?

答: 将它们研细, 并以等量混合; 若测得混合物熔点下降且熔程增宽, 则说明两个样品不同, 不是纯净物。若测得混合物熔点与两样品熔点均相同, 则说明这两个样品是同一物质。

2. 熔点, 毛细管是否可以重复使用?

答: 不可以。因为有时某些物质会发生部分分解, 有些物质则可能转变为具有不同熔点的其他结晶体。

3. 测定熔点时, 若有下列情况将产生什么结果?

答: ① 熔点管壁太厚: 初熔温度偏高

② 熔点管不洁净: 熔点, 偏低

③ 样品未完全干燥或含有杂质: 熔点, 偏低

④ 样品研得不细: 熔距加大, 熔点, 偏高

⑤ 样品装得不紧密: 熔距加大, 熔点, 偏高

⑥ 加热太快: 熔距加大, 熔点, 偏高

⑦ 样品装得太多: 温度分布不均匀, 熔点, 数值会有不同程度的偏差

⑧ 读数过慢: 熔点, 偏高

A 10.2

李