

实验一 熔点测定

一、实验目的

1. 了解提勒管法测定熔点的基本原理和熔点测定的意义；
2. 掌握提勒管法测定熔点的操作方法。

二、实验原理

熔点是固体有机化合物固液两态在大气压力下达成平衡的温度。纯净的固体有机化合物一般都有固定的熔点，固液两态之间的变化是非常敏锐的，自初熔至全熔(称为熔程)温度不超过 $0.5\sim 1^{\circ}\text{C}$ 。

三、实验仪器和试剂

仪器：提勒管 (Thiele) 熔点测定管 (又称 b 形管)；水银温度计 (300°C)；酒精灯；毛细管。

试剂：苯甲酸、混合物 (50% 萘+50% 苯甲酸)

【物理常数】

化合物名称	分子量	性状	比重 (d)	熔点 ($^{\circ}\text{C}$)	沸点 ($^{\circ}\text{C}$)	折光率 (n)	溶解度		
							水	乙醇	乙醚
萘	128.17	无色有光泽片状晶体	1.145	80.6	217.9	1.5898	不溶	可溶	可溶
苯甲酸	122.13	无色片状或针状晶体	1.2659	122.4	249	1.504	微溶于冷水,溶于热水	可溶	可溶

四、实验操作

1. 熔点管的准备：

将毛细管的一端呈 45° 角置于小火边沿处，边旋转边加热，封口一经合拢立即移出，做到封口严密，无弯扭或结球。

2. 样品的准备及其填充：

样品应事先干燥，样品 (萘、苯甲酸及混合物) 在装样前要研细。填充时要装的均匀、结实，装料高度为 $2\sim 3\text{ mm}$ 。

3. 仪器安装：

- (1) 装好样品的熔点管用橡皮圈套附在温度计上，样品部分位于温度计水银球的中部。
- (2) 温度计用一个刻有沟槽的单孔塞固定在提勒管的中心轴线上，水银球的高度位于提勒管上、下两叉口中间。
- (3) 采用石蜡油或硅油作为导热液，导热液的液位略高于提勒管上叉口即可。

4. 加热速度：

(1) 已知样：开始升温速度可快些 ($5\sim 8^{\circ}\text{C} / \text{min}$)，距熔点约 $10\sim 15^{\circ}\text{C}$ 时，升温速度 $1\sim 2^{\circ}\text{C} / \text{min}$ ，愈接近熔点，升温速度愈慢，以 $0.5\sim 1^{\circ}\text{C} / \text{min}$ 为宜。

(2) 混合样：至少要测三次。第一次以 $5^{\circ}\text{C} / \text{min}$ 左右的升温速度粗测，可得到一个近似的熔点；第二次开始时升温速度可快些，待达到比近似熔点低 10°C 时，改用小火，使温度以 $0.5\sim 1^{\circ}\text{C} / \text{min}$ 的速度缓慢而均匀地上升。

5. 熔点的记录：

记录熔点管中刚有小滴液体出现 (即初熔温度) 和样品恰好完全熔融 (即全熔温度) 这两个温度点的读数。不能取初熔温度到全熔温度的平均值，例如：熔程为 $123^{\circ}\text{C}\sim 125^{\circ}\text{C}$ ，不可记录为 124°C 。

五、实验记录与数据处理

化合物名称	熔 点 (°C)		
	文献值	实 测 值	
		1	2
萘	80.6		
混合物			

六、实验注意事项

1. 熔点管必须洁净，如含有灰尘等，能产生 $4\sim 10^{\circ}\text{C}$ 的误差。
2. 熔点管底未封好会产生漏管。
3. 样品要研细，填装要结实，否则会产生空隙，不易传热，造成熔程变大。
4. 样品不干燥，会使熔点偏低，熔程变大。
5. 样品量要适中，太少不便观察，而且熔点偏低；太多会造成熔程变大，熔点偏高。
6. 每次测样品要用新的熔点管重新装样品进行测试，不能用已测过熔点的样品固化后做第二次测定。
7. 导热液的液位应略高于提勒管上叉口，太少不能保证导热液的循环；太多又会使橡皮圈浸入溶液中而逐渐溶胀、溶解甚至碳化。
8. 升温速度应慢，让热传导有充分的时间，升温速度过快，则熔点偏高。

七、思考题: P61-62 (2), (3)

八、预习: 蒸馏和沸点的测定

附: 导热液的选择参考(导热液的选择视所需温度而定)

1. $< 140^{\circ}\text{C}$ 可用液体石蜡或甘油 (药用液体石蜡可加热至 220°C 仍不变色)。
2. $> 140^{\circ}\text{C}$ 可用浓硫酸(温度超过 250°C , 浓硫酸发生白烟, 妨碍温度的读数)。