

实验四 熔点的测定

实验目的： 1. 理解熔点测定的原理、应用。
2. 掌握毛细管和显微熔点仪测定熔点的方法。

实验原理：

1. **熔点：**任何纯净的固体有机物均有一恒定的熔点，其定义为固液两态在大气压成平衡的温度。一个纯化合物从开始（始熔）至完全融化（全熔）的温度范围叫做熔点距（熔程），且熔点距一般不超过 1℃。但含有杂质时，熔点一般会下降，熔点距也会加宽。所以通过测定熔点可以鉴别未知固态有机物和判断有机物的纯度。

实验药品： 精制乙酰苯胺（仪器法），苯甲酸（毛细管法），混合物样品（毛细管法）

实验设备： 熔点仪，b 形管，内径 1.0 mm 的毛细管，温度计，酒精灯

实验方法： P122-123, 140-141

1. 毛细管测定法：测定苯甲酸和苯甲酸粗品的熔程

- 1) 按照图 2-13 安装装置，温度计用套管固定，b 形管中装入甘油。
- 2) 测定操作：（示范）
 - a. 样品的干燥和研磨；
 - b. 装样（把一头封闭长度约 7-8cm 的熔点管的开口端插入样品粉末中，装样约高 3-4mm，倒转填满后，样高 2-3mm）；
 - c. 把装样品的毛细管附于温度计上（样品部分在水银球中部）；
 - d. 放入 b 形管（水银球恰在 b 形管两侧管的中部）；
 - e. 酒精灯加热，控温（开始升温可快，接近熔点 10℃时，控制升温速度 1-2℃/min）
 - f. 观察熔点（始熔：固体收缩，当样品开始塌落并出现液相时，即为始熔；全熔：固体完全消失而成透明的液体时，即为全熔）；
 - g. 记录结果（熔点距，即始熔至全熔温度）。
 - h. 要有二次以上重复的数据，第二次要新装样品的熔点管，浴温要低于熔点 20℃以上才放入。

2. 显微熔点仪测定法：测定精制乙酰苯胺的熔程

取少量待测样品放入两片载玻片之间，前后搓压使样品压细后放到加热托盘上。调节显微镜测镜使视场清晰并能观测到样品晶体。然后开始加热，在显微镜下观察样品熔化过程，从数值仪上记下初熔和全熔的温度。

注意事项：

1. 仪器因素：a 温度计要校正； b 熔点管（载玻片）要干净，管壁要薄。
2. 操作因素：a 样品必须干燥并研磨细、装填紧密； b 严格控制升温速度观察准确。

思考题： P37, T1, 2