



青島科技大學

Qingdao University of Science & Technology

# 有机化学实验

基础化学实验中心  
山东省省级实验教学示范中心



# 熔点的测定

**Determination of  
melting point**



# 实验内容

- 1 实验目的
- 2 实验原理
- 3 试剂及仪器



- 4 实验步骤
- 5 注意事项
- 6 思考题



了解熔点测定的意义；

01

掌握用提勒管和熔点仪测定熔点的基本操作。

02

## 1 实验目的



## 2 实验原理

01

**定义:** 固-液两相在大气压力 ( 101.3 kPa ) 下达到平衡状态时的温度。对于纯粹的有机化合物, 一般都有固定熔点。即在一定压力下, 固-液两相之间的变化都是非常敏锐的, 初熔至全熔的温度不超过 $0.5 \sim 1^{\circ}\text{C}$ 。

02

**熔点测量的意义:** ( 1 ) 判断化合物的纯度;  
( 2 ) 鉴别化合物。

### 3 试剂 及仪器

01

#### ◆ 试剂：

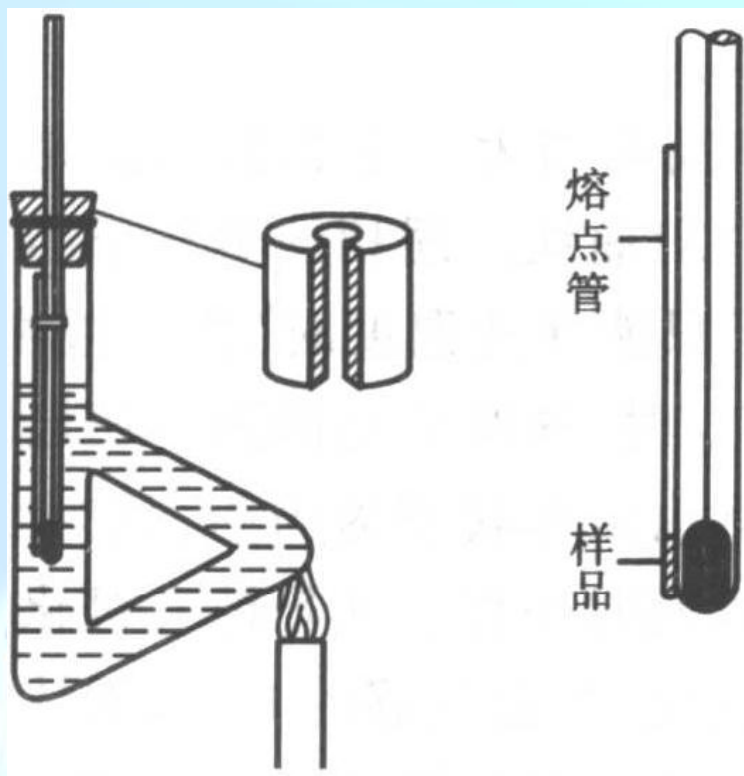
- 苯甲酸 ( m.p. 122.4°C )
- 未知样品

02

#### ◆ 仪器：

- 提勒管、酒精灯、温度计、RY-I型熔点仪。





**用提勒管测定熔点装置**



**RY-I熔点测定仪**







01

## 毛细管的准备

- (1) 毛细管的外径一般为**0.9 ~ 1.1 mm** , 长约70 ~ 75 mm。
- (2) 将一端在酒精灯火焰上进行封闭,不断转动毛细管使其不歪斜。使用前应当手持毛细管,逐根对着亮光查看其**封口部位是否有缝隙**,以免测试时渗漏进浴液使实验失败。



02

## 样品填装

- (1) 待测的样品一定要保证**干燥和纯净**；
- (2) 将待测样品在干燥清洁的表面皿上，用空心塞**研成细末**后聚成小堆，将毛细管开口一端垂直插入样品堆中，然后将毛细管开口向上轻轻在桌面上敲击，使样品落入管底；另取一根长约40cm干净的玻璃管，垂直于表面皿上，将装有样品的毛细管由上端自由落下，重复几次，使样品装填紧密，装填高度约为**2-3mm**。

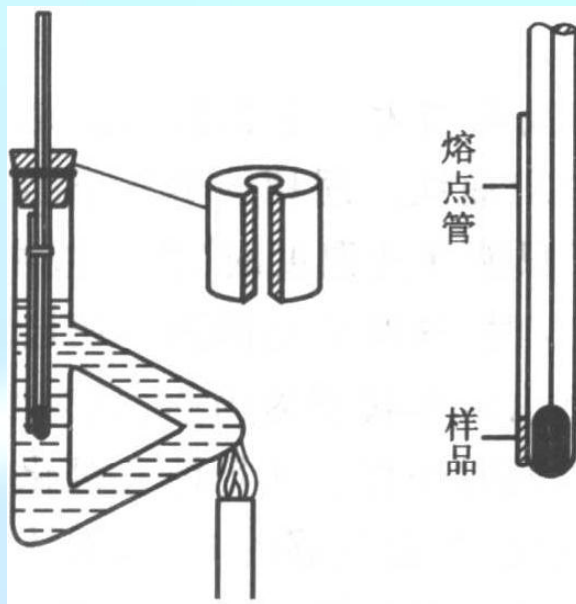


# 03 仪器 装置

(1) 在提勒管中装入加热液体(浴液), **其液面高度达上叉管处即可**, 将提勒管固定在铁架上。

(2) 把装好样品的**毛细管紧贴在温度计水银球旁边**, 毛细管中的**样品应位于水银球中间**。

(3) 提勒管管口装有开口的塞子, 温度计插入塞子中, 刻度面向塞子开口, 其**水银球位于上下两个叉管之间**。



# 04

## 浴液的选择

(1) 浴液可根据待测物质的熔点选择。

(2) 测定熔点在 $140\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下的物质时，最好用液体石蜡或甘油； $140\sim 220\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，可选用硫酸； $220\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上则可选用热稳定性优良的硅油为浴液。

本实验根据所测样品熔点，选择的浴液为液体石蜡。



# 05

## 熔点测定

### (1) 已知样品熔点的测定：

细测：开始时升温快一些， $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 左右，当接近待测物质理论熔点 $20^{\circ}\text{C}$ 左右时，必须使温度上升的速度缓慢而均匀， $1-2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。直至观察物质的初熔点和全熔点。

### (2) 未知样品熔点的测定：

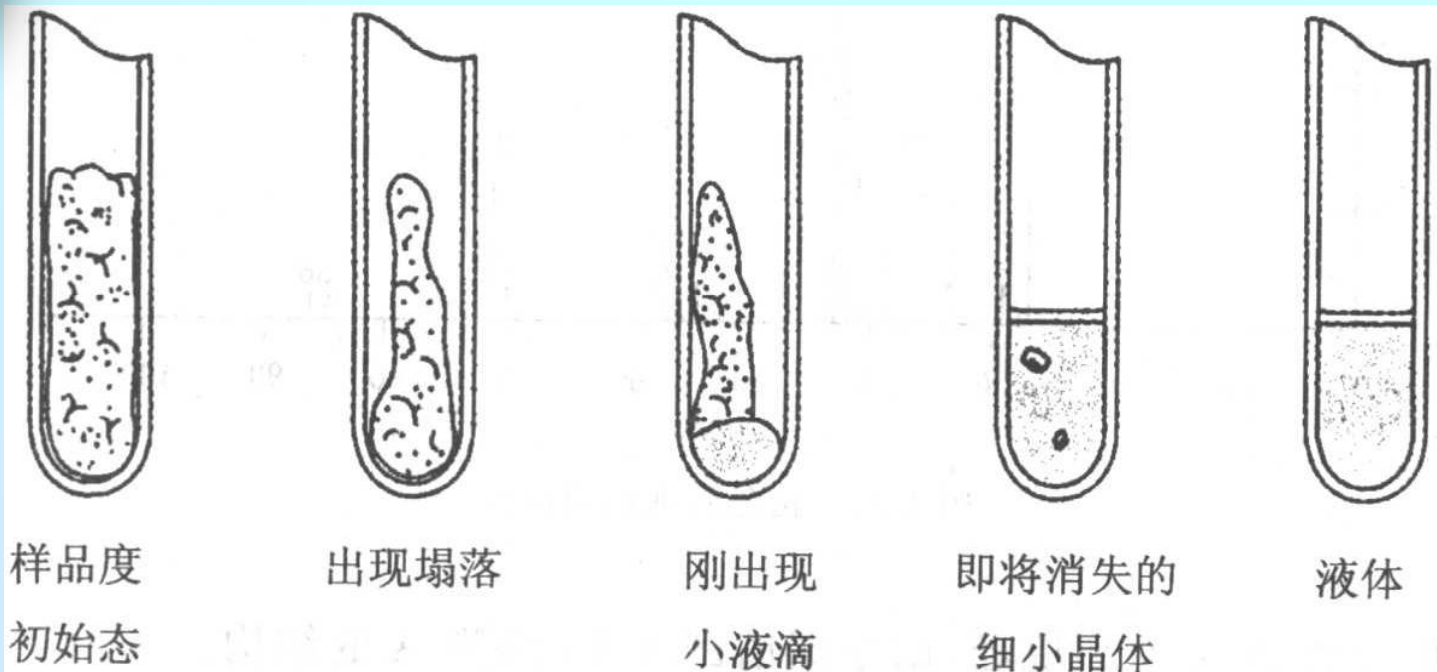
(1) 第一次粗测：快速升温得到待测物质的全熔点，并以此为依据进行第二次的细测。

(2) 第二次进行细测：同已知样品。



05

# 熔点测定



## 固体样品的熔化过程





# 05

## 熔点测定

数据记录： 观测两次测定过程，并列表记录：

样品的熔点为： $T_{初熔} \sim T_{全熔}$

| 样品   |     | $T_{初熔}$ | $T_{全熔}$ | 熔点 | 熔程 |
|------|-----|----------|----------|----|----|
| 苯甲酸  | 第一次 |          |          |    |    |
|      | 第二次 |          |          |    |    |
| 未知样品 | 第一次 |          |          |    |    |
|      | 第二次 |          |          |    |    |



## 5 注意事项

01

熔点管必须洁净。如含有灰尘等，能产生4~10℃的误差。

02

熔点管底未封好会产生漏管。

03

样品研磨要细，填装要实，否则产生空隙，不易传热，造成熔点偏高，熔程变大。

04

样品不干燥或含杂质，会使熔点偏低，熔程变大。

05

样品量太少不便观察；太多会造成熔程变大，熔点偏高。

06

升温速度应慢，让热传导有充分的时间。升温速度过快，熔点偏高。

07

测量时至少要有两次重复数据，且毛细管内用过的药品不能再用。

08

测试结束后，温度计不宜马上用冷水冲洗；浴液应冷却至室温后方可倒回试剂瓶中。



# 思考题

01

三个瓶中分别装有A、B、C三种白色有机固体，每一种都在 $149 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 熔化。一种A与B (1 : 1) 在 $130 \sim 139^{\circ}\text{C}$ 熔化；一种A与C (1 : 1) 在 $149 \sim 150^{\circ}\text{C}$ 熔化；那么50 : 50的B与C的混合物在什么样的温度范围内熔化呢？你能说明哪两个瓶中是同一种物质吗？

02

测熔点时，如遇到下列情况，将产生什么后果？（1）加热太快；（2）样品研的不细或装的不实；样品管粘贴在提勒管壁上。（3）样品量多少对测量结果有何影响？（4）升温速度太快，有何影响？（5）样品不干燥或含杂质，对结果有何影响？



**谢谢大家！**

**基础化学实验中心**

**山东省省级实验教学示范中心**

