



职业技能鉴定培训教程

化学检验工系列

物理常数测定

谷春秀 主编 袁 骥 审

适用化学检验工初级

紧密结合生产实际

面向国家职业资格培训



化学工业出版社



职业技能鉴定培训教程
化学检验工系列

物理常数测定

谷春秀 主 编
袁 骥 审



化学工业出版社

·北京·

本书是用于化学检验工初级的物理常数测定专项技能操作培训和考核的实训教材。本书介绍了十项物理常数检验项目(熔点、沸程、折射率、比旋光度、黏度、沸点、凝固点、结晶点、密度、闪点)的检验方法和操作技术,为便于备考还收入了技能鉴定考核试题及评分标准。

本书可供化学检验工技能鉴定考核培训使用,也可供化学相关专业、化学检验相关专业等相关岗位工作人员岗前培训使用及在实际工作中参考。

图书在版编目(CIP)数据

物理常数测定/谷春秀主编. —北京:化学工业出版社,2012.9

职业技能鉴定培训教程. 化学检验工系列

ISBN 978-7-122-15063-9

I. ①物… II. ①谷… III. ①物理常数-测定-职业技能-鉴定-教材 IV. ①O4

中国版本图书馆CIP数据核字(2012)第185042号

责任编辑:李玉晖 张双进

装帧设计:韩 飞

责任校对:陈 静

出版发行:化学工业出版社(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

印 刷:北京永鑫印刷有限责任公司

装 订:三河市万龙印装有限公司

710mm×1000mm 1/16 印张6½ 字数112千字 2012年11月北京第1版第1次印刷

购书咨询:010-64518888(传真:010-64519686) 售后服务:010-64518899

网 址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定 价:17.00元

版权所有 违者必究

前言

本书立足于专业技术的应用和职业能力的培养，是用于化学检验工物理常数测定操作培训和考核的实训教材。本书依据《化学检验工国家职业标准》和化学工业职业技能鉴定指导中心编制的化学检验工试题库，反映了化学检验工岗位工作和技能鉴定的要求，具有技术实践性、实用性和可操作性特点。对于化学相关专业、化学检验相关专业等相关岗位工作人员来说，本书是一本简明的岗前培训用书；本书总结的操作技巧和注意事项在实际工作中也可以随时参考。

本书结合作者多年实训教学改革成果编写而成，作为职业教育实训教材具有以下特点：

1. 以现代职教课程理论为指导，体现“以全面素质为基础，以能力为本位”的课程改革指导思想，围绕培养学生的基本分析操作能力为根本，结合相关的分析理论进行辅导，力求通过10个实训项目，用一周到两周时间的强化训练，达到化学检验初级工的实训操作能力，以应对化学检验初级工物理常数检验的应会操作鉴定。

2. 从服务学生的观念出发，体现教学方法、学习方法的改革，落实学生的自主学习和探究性学习。在实训的编写过程中，除将操作规程尽可能写详细外，还将所有实训的要求列出，学生在自学和操作过程中可针对相关要求训练，同时学生间也可开展相互学习和检查，达到自主学习的目的；此外通过实训过程中的讨论和交流，使探究性学习成为可能，通过实训达到预期的效果。

3. 从学生的认知规律出发，创设现实情景及工业背景，提倡以典型产品或技能培训带动教学。

本综合实训结束后，学生能在以下方面有所提高和强化：

1. 能检测相应类别化工产品或化学试剂的物理参数和性能；
2. 正确选择使用各物理常数测定仪；
3. 能达到相关国家标准中各检验项目的相应要求；
4. 能按操作规程进行操作，正确记录实训数据，正确应用公式计算实训结果；
5. 能判断实训数据的真伪，并根据情况决定是否需要重做。

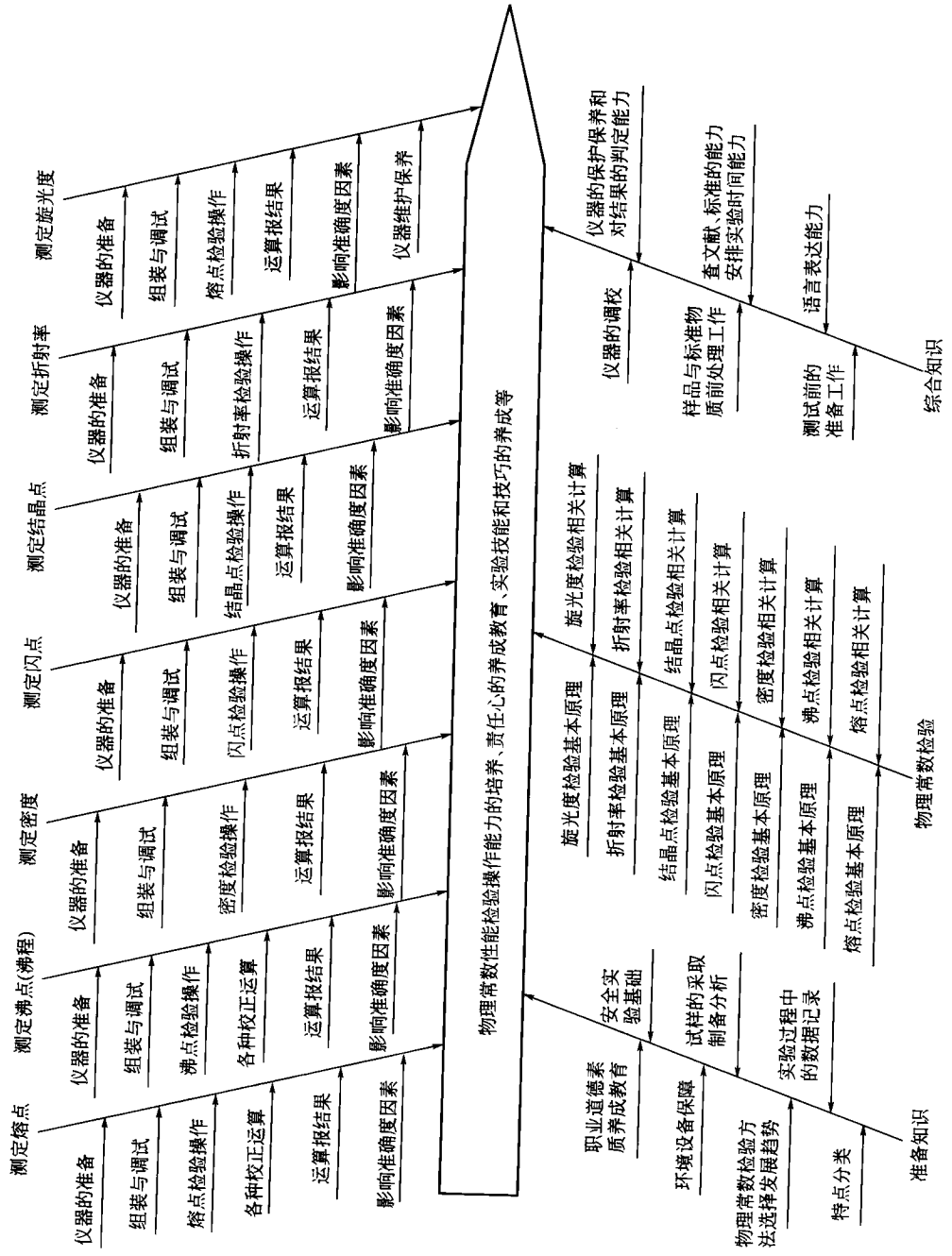
本书收入了部分技能考核试题和评分标准，便于读者对学习和训练效果做自我评价，从而更好地掌握基本操作技能、规范实训，达到化学检验工考核的技能要求。

袁骥老师在本书编写过程中提供了大力支持和帮助，并为本书审稿。本书还经过北京联合大学生物化学工程学院生物医药系基础教研室主任周考文教授审阅，并提出宝贵意见。在此谨向各位老师表示衷心的感谢。

由于编者水平有限，不足之处在所难免，恳请广大教师和读者批评指正。

编 者

2012年6月于北京



目录

1 熔点的测定	1
1.1 工业背景和测定原理	1
1.1.1 概述	1
1.1.2 熔点测定原理	2
1.1.3 技能训练要点	2
1.2 仪器与试剂	2
1.2.1 测定装置	2
1.2.2 安装要点	3
1.2.3 仪器与试剂清单	3
1.3 测定操作	4
1.3.1 测定方法	4
1.3.2 测定实训操作步骤	4
1.3.3 熔点的校正	5
1.4 数据记录与处理	6
1.5 熔点测定注意事项	7
1.6 实训要求	7
思考题	8
2 沸程的测定	9
2.1 工业背景和测定原理	9
2.1.1 概述	9
2.1.2 沸程测定原理	9
2.1.3 技能训练要点	9
2.2 仪器与试剂	10
2.2.1 测定装置	10
2.2.2 仪器与试剂清单	10
2.3 测定操作	10
2.3.1 测定实训操作步骤	10
2.3.2 沸程的校正	11
2.4 数据记录与处理	12
2.5 沸程测定注意事项	12
思考题	14

3 折射率的测定	15
3.1 工业背景和测定原理.....	15
3.1.1 基本概念.....	15
3.1.2 折射率测定原理.....	15
3.1.3 技能训练要点.....	16
3.2 仪器与试剂.....	16
3.2.1 阿贝折射仪的构造.....	16
3.2.2 仪器与试剂清单.....	17
3.3 测定操作.....	17
3.3.1 测定实训操作步骤.....	17
3.3.2 注意事项.....	18
3.4 数据记录与处理.....	18
3.5 实训要求.....	18
思考题	19
4 比旋光度的测定	20
4.1 工业背景和测定原理.....	20
4.1.1 基本概念.....	20
4.1.2 影响旋光度大小的因素.....	21
4.1.3 技能训练要点.....	22
4.2 仪器与试剂.....	22
4.2.1 旋光仪的构造和工作原理.....	22
4.2.2 仪器与试剂清单.....	23
4.3 测定操作.....	24
4.4 数据记录与处理.....	25
4.5 注意事项.....	25
思考题	25
5 黏度的测定	26
5.1 工业背景和测定原理.....	26
5.1.1 概述.....	26
5.1.2 毛细管黏度计及其测定原理.....	26
5.1.3 旋转黏度计及其测定原理.....	27

5.1.4	技能训练要点	28
5.2	仪器	28
5.2.1	毛细管黏度计	28
5.2.2	旋转黏度计	29
5.3	测定操作	30
5.3.1	毛细管黏度计测定运动黏度	30
5.3.2	动力黏度的测定	31
5.4	数据记录	32
	思考题	32
6	沸点的测定	33
6.1	工业背景和测定原理	33
6.1.1	基本概念	33
6.1.2	测定沸点的原理	33
6.1.3	技能训练要点	34
6.2	仪器与试剂	34
6.3	测定操作	34
6.3.1	安装测定装置	34
6.3.2	测定实训操作步骤	35
6.3.3	结果处理	35
6.4	注意事项及讨论	36
6.5	数据记录与处理	36
6.6	实训要求	37
	思考题	37
7	凝固点的测定	40
7.1	工业背景和测定原理	40
7.1.1	概述	40
7.1.2	技能训练要点	40
7.2	仪器与药品	41
7.2.1	仪器和装置	41
7.2.2	仪器与试剂清单	41
7.3	测定操作	42

7.4	数据记录与处理	42
7.5	注意事项	43
	思考题	43
8	结晶点的测定	44
8.1	工业背景和测定原理	44
8.2	仪器和装置	44
8.3	测定操作	45
8.4	注意事项	45
	思考题	46
9	密度的测定	47
9.1	工业背景和测定原理	47
9.1.1	概述	47
9.1.2	密度的测定原理	48
9.1.3	技能训练要点	48
9.2	仪器	49
9.2.1	密度瓶的使用	49
9.2.2	韦氏天平的使用	49
9.2.3	密度计的使用	51
9.3	测定操作	51
9.3.1	密度瓶法测定密度	51
9.3.2	韦氏天平法测定密度	53
9.3.3	密度计法测定密度	54
9.4	固体密度的测定	54
9.4.1	对试样的要求	54
9.4.2	密度瓶法	54
9.4.3	天平法	55
	思考题	56
10	闪点的测定	57
10.1	工业背景和测定原理	57
10.1.1	测定闪点的意义	57
10.1.2	测定原理	57

10.1.3 技能训练要点	58
10.2 仪器	58
10.2.1 开口杯闪点测定器	58
10.2.2 闭口杯闪点测定器	59
10.3 闪点的校正	60
10.4 测定操作	61
10.4.1 开口杯法测定闪点	61
10.4.2 闭口杯法测定闪点	62
思考题	63
11 技能考核试题	64
11.1 液体密度的测定和固体熔点的测定	64
11.2 液体密度的测定和液体沸程的测定	70
11.3 固体熔点的测定和液体沸程的测定	76
11.4 黏度的测定和固体熔点的测定	80
11.5 黏度的测定和闪点的测定	85
11.6 样品交接	90
参考文献	92

1 熔点的测定

本章要点：

- 1) 了解测定熔点的意义；
- 2) 学会组装和使用毛细管测定熔点的装置，掌握毛细管法测定熔点的操作方法；
- 3) 掌握温度计外露段的校正方法。

1.1 工业背景和测定原理

1.1.1 概述

(1) 熔点测定的意义

熔点是晶体物质的重要物理常数之一。晶体物质又分为晶体有机物和晶体无机物。根据样品性质可分为不带结晶水的、带结晶水的、易升华的晶体物质；根据稳定性又可分为在空气中稳定的与不稳定的两种。通过测定化合物的熔点，可以定性检验化合物，了解其分子结构的特征，也可以初步判断化合物的纯度。

(2) 熔点的定义

熔点是固液两相在 101.325kPa 下平衡共存时的温度。

物质开始熔化至全部熔化的温度范围，叫做熔点范围或熔程。

纯物质固、液两态之间的变化是非常敏感的，自初熔至全熔，温度变化不超过 0.5~1℃。混有杂质时，熔点一般会下降，熔程显著增大。

测定熔点常用的方法有毛细管法和显微熔点法等。毛细管熔点测定法是最常用的基本方法。它具有操作方便，装置简单的特点，目前实验室较常用此法。

(3) 熔点与分子结构的关系

熔点与分子结构的关系可以归纳为以下经验规律。

1) 同系物中，熔点随相对分子质量的增大而增高。但是，有几种情况应该注意：

① 在含多元极性官能团的同系列化合物中，—CH₂—基增多，熔点反而相对降低。这是由于极性基团之间有较强的作用力，引入—CH₂—原子团后，相对分子质量虽然增大，但却减弱了这种作用力。

② 随着碳链的增长, 特性官能团的影响效应逐渐减弱, 所以在同系列中高级成员的熔点趋近于同一极限。

③ 有些同系列, 例如二元脂肪族羧酸、二酰胺、二羟醇、烃基代丙二酸及酯等类化合物中, 随着相对分子质量的增大熔点有交替上升的现象。一般含偶数碳原子的较高, 含奇数碳原子的较低。

2) 分子中引入能形成氢键的官能团后, 熔点也会升高, 形成氢键的机会愈多, 熔点愈高。所以羧酸、醇、胺等总是比其母体烃的熔点高。

3) 分子结构愈对称, 愈有利排成有规则的晶格, 有更大的晶格力, 所以熔点愈高。

1.1.2 熔点测定原理

以加热的方式, 使熔点管中的样品从低于其初熔时的温度逐渐升温至其终熔时的温度, 通过目视观察毛细管中试样的熔化情况, 当试样出现明显的局部液化现象时的温度为初熔点, 试样全部熔化时的温度为终熔点。以初、终熔温度确定样品的熔点范围。

1.1.3 技能训练要点

(1) 技能要求

能正确使用熔点测定装置(毛细管法), 在3h内完成测定; 能对测定结果进行校正, 按要求进行熔点校正。

(2) 操作要点

观察仔细、认真; 装样要均匀密实; 控制好升温速度。

(3) 安全要求

水银温度计切忌破坏。正确使用有机载热体, 安全使用易燃有机物。安全使用煤气。

1.2 仪器与试剂

1.2.1 测定装置

常用的毛细管熔点测定装置有双浴式和提勒管式两种, 如图1-1所示。

1) 毛细管(熔点管) 用中性硬质玻璃制成的毛细管, 一端熔封, 内径0.9~1.1mm, 壁厚0.10~0.15mm, 长度约为100mm。

2) 温度计 测量温度计(主温度计) 单球内标式, 分度值为0.1℃, 并具有适当的量程。辅助温度计分度值为1℃, 并具有适当的量程。

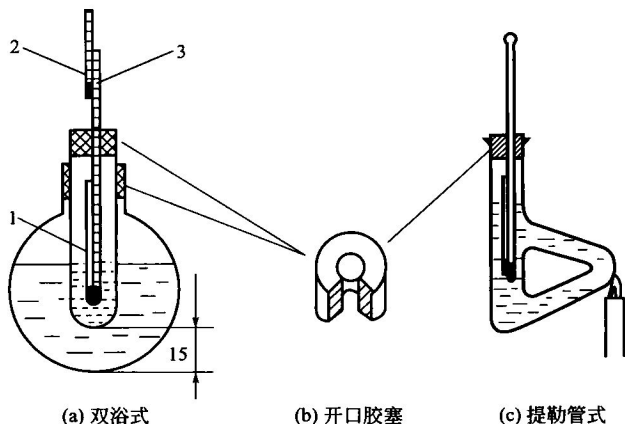


图 1-1 熔点测定装置

1—毛细管；2—辅助温度计；3—测量温度计

3) 热浴

① 提勒管热浴：提勒管的支管有利于载热体受热时在支管内产生对流循环，使得整个管内的载热体能保持相当均匀的温度分布。

② 双浴式热浴：采用双载热体加热，具有加热均匀，容易控制加热速度的优点，是目前一般实验室测定熔点常用的装置。

1.2.2 安装要点

- 1) 熔点测定装置中使用的胶塞，均须开有出气槽，严禁在密闭体系中加热。
- 2) 内浴试管距烧瓶底部距离 15mm。
- 3) 装置中温度计水银球应位于 b 形管上、下两支管口之中部。
- 4) b 形管中装入加入液体，高度达上支管处即可，不能加得过满，以免加热时溢出。

1.2.3 仪器与试剂清单

圆底烧瓶(250ml)	1 只	酒精灯或煤气灯	1 个
精密温度计(100~150℃, 分度值 0.1℃)	1 支	玻璃钉	1 根
辅助温度计(0~100℃)	1 支	尿素(AR, m. p. = 135℃)	少量
试管(口径 30mm, 长度 100mm)	1 支	苯甲酸(AR, m. p. = 122.4℃)	少量
熔点管	10 支	未知样	少量
表面皿	4 块	甘油或液体石蜡(cp)	约 170mL

1.3 测定操作

1.3.1 测定方法

加热升温，使载热体温度上升，通过载热体将热量传递给试样，当温度上升至接近试样熔点时，控制升温速率，观察试样的熔化情况，当试样开始熔化时，记录初熔温度，当试样完全熔化时，记录终熔温度。

1.3.2 测定实训操作步骤

1) 安装测定装置：将烧瓶，试管及温度计以橡皮塞连接，并将其固定于铁架台上。烧瓶中注入约 3/4 的甘油，并向试管注入适量的甘油，使其液面在同一平面上。

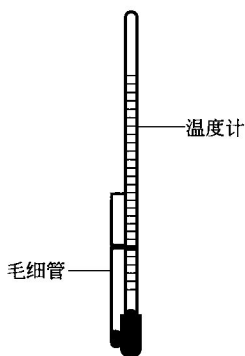


图 1-2 毛细管固定于温度计

2) 装样：取干燥的尿素、苯甲酸和未知样各少量，分别放在干净的表面皿上用玻璃钉碾细。尿素和苯甲酸各装两支毛细管，未知样装三支毛细管，其余毛细管备用。将试样放入清洁、干燥、一端封口的毛细管中，将毛细管开口端插入粉末中，取一支长约 800mm 的干燥玻璃管，直立于玻璃板上，将装有试样的熔点管在其中投入数次，直到熔点管内样品紧缩至 2~3mm 高。如所测的是易分解或易脱水样品，应将熔点管另一端熔封。将装好样品的熔点管按图 1-2 所示附在内标式单球温度计上（使试样层面与内标式单球温度计的水银球中部在同一高度）。

3) 预测定：用酒精灯或电炉加热圆底烧瓶，开始时升温可稍快，控制升温速度不超过 $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，观察毛细管中试样的熔化情况，记录试样完全熔化时的温度，作为试样的粗熔点。

4) 另取一支毛细管，按上述方法填装好试样，待热浴冷却至粗熔点下 20°C 时，放于测定装置中。将辅助温度计附于内标式温度计上，使其水银球位于内标式温度计水银柱外露段的中部。

5) 加热升温，当液体温度升至比样品熔点低 10°C 时，停止加热。将装有样品的毛细管缚在温度计上并插入试管中。继续加热，控制升速 $(1.0 \pm 0.1)^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。如所测的是易分解或易脱水样品，则升温速率应保持在样品 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。开始熔化前有“收缩”、“长毛”等预兆，此时须严密注视样品熔化情况及温度计读数。当试样出现明显的局部液化现象时的温度即为初熔温度，当试样完全熔化时

的温度即为全熔温度。记录初熔和全熔时的温度，一般纯物质的熔程应在 $0.5 \sim 1.0^\circ\text{C}$ 以内。

测熔点时，每个样品至少测定 2 次，2 次数据的误差不应大于 0.3°C ，否则应再测第 3 次。每次测定完后，应将传热液冷却至样品熔点 10°C 以下，才能装入新的毛细管并开始操作。

测定未知样品时，第一次可快速升温，大致确定熔点温度，其后两次再精确测定。

6) 根据下式对熔点测定值进行校正

$$\Delta t_2 = 0.00016(t_1 - t_2)h$$

$$t = t_1 + \Delta t_1 + \Delta t_2$$

式中 t ——试样的校正熔点， $^\circ\text{C}$ ；

t_1 ——熔点的测定值， $^\circ\text{C}$ ；

Δt_1 ——内标式温度计示值校正值， $^\circ\text{C}$ ；

Δt_2 ——内标式温度计水银柱外露段校正值， $^\circ\text{C}$ ；

h ——内标式温度计水银柱外露段的高度，以温度值为计量单位；

t_2 ——辅助温度计的读数， $^\circ\text{C}$ 。

1.3.3 熔点的校正

熔点测定值是通过温度计直接读取的，温度读数的准确与否，是影响熔点测定准确度的关键因素。在测定熔点时，必须对熔点测定值进行温度校正。

(1) 温度计示值校正

用于测定的温度计，使用前必须用标准温度计进行示值误差的校正。方法是：将测定温度计和标准温度计的水银球对齐并列放入同一热浴中，缓慢升温，每隔一定读数同时记录两种温度计的数值，作出升温校正曲线；然后缓慢降温，制得降温校正曲线。若两条曲线重合，说明校正过程正确，此曲线即为温度计校正曲线。校正曲线如图 1-3 所示，在此曲线上可以查得测定温度计的示值校正值 t_1 ，对温度计示值进行校正。

(2) 温度计水银柱外露段校正

在测定熔点时，若使用的是全浸式温度计，那么露在载热体表面上的一段水银柱，由于受空气冷却影响，所示出的数值一定比实际上应该具有的数值为低。这种误差在测定 100°C 以下的熔点时是不大的，但是在测定 200°C 以上的熔点时，可大到 $3 \sim 6^\circ\text{C}$ ，对于这种由温度计水银柱外露段所引起的误差的校正值可用下式来计算

$$\Delta t_2 = 0.00016(t_1 - t_2)h$$

式中 0.00016——玻璃与水银膨胀系数的差值；

t_1 ——主温度计读数；

t_2 ——水银柱外露段的平均温度，由辅助温度计读出（辅助温度计的水银球应位于主温度计水银柱外露段的中部）；

h ——主温度计水银柱外露段的高度（用度数表示）。

校正后的熔点 t 应为 $t = t_1 + \Delta t_1 + \Delta t_2$

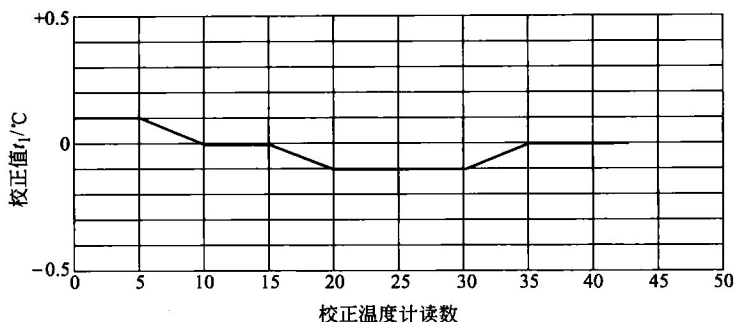


图 1-3 温度计校正曲线

1.4 数据记录与处理

(1) 数据记录

将各项实验数据填入下表中。

样品	测量温度计读数		平均值 t_1	辅助温度计读数	平均值 t_2	露颈 h
	第一次	第二次				
苯甲酸	第一次					
	第二次					
尿素	第一次					
	第二次					
未知样	第一次					
	第二次					

(2) 数据处理

熔点校正，将结果填入下表中。

样品	实测熔点(平均)	校正熔点	文献值
苯甲酸			
尿素			
未知样			