



教育部高职高专规划教材

国家示范性高职院校国家重点建设专业核心课程

基础化学

房爱敏 主编 孙丰江 孟海涛 副主编 耿佃国 王宝仁 主审

(下册)



化学工业出版社

教育部高职高专规划教材
国家示范性高职院校国家重点建设专业核心课程

基础化学

(下册)

	房爱敏	主 编
孙丰江	孟海涛	副主编
耿佃国	王宝仁	主 审



化学工业出版社

· 北 京 ·

图书在版编目 (CIP) 数据

基础化学 (下册) / 房爱敏主编. — 北京: 化学工业出版社, 2011. 2

教育部高职高专规划教材

国家示范性高职院校国家重点建设专业核心课程

ISBN 978-7-122-10353-6

I. 基… II. 房… III. 化学-高等学校: 技术学院-教材 IV. O6

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2011) 第 001846 号

责任编辑: 杨 菁 彭喜英

装帧设计: 张 辉

责任校对: 徐贞珍

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: 北京市振南印刷有限责任公司

装 订: 三河市宇新装订厂

787mm×1092mm 1/16 印张 11¼ 彩插 1 字数 288 千字 2011 年 2 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: 26.00 元

版权所有 违者必究

前言

“基础化学”是应用化工技术专业及相关专业的核心课程之一，也是应用化工技术专业及相关专业的职业技术核心课程之一。

本教材是在我院确定为国家示范性高职建设院校的背景下编写的，应用化工技术专业是国家重点建设专业之一，本教材以应用化工技术专业人才培养方案为核心，结合“化工总控工”、“无机反应工”、“有机反应工”、“分析工”的国家职业标准，以实现职业核心能力培养为目标，按照“逆向分解、整合重构、动态反馈、循环提升”的课程设计思路，将《无机化学》、《有机化学》、《物理化学》及相关的配套实验有机地整合为一体，构建了“任务引领，行动导向”式的课程体系，重构了课程内容。

本教材分上、下两册，共16个学习情境，上册包括化学实验基本操作，混合物的分离技术，蒸气压的测定，化学热力学基础，化学反应速率，化学平衡，非金属与金属元素通论等7个学习情境；下册包括物质物理常数的测定技术，烃，卤代烃，醇、醚、酚，醛、酮、羧酸，含氮有机化合物，杂环化合物，高分子有机化合物的合成以及化学综合实训等9个学习情境。

本教材在编写过程中突出了以下特点。

1. 结构新，符合职业教育的理念。将每个学习情境都设计成几个工作任务，在学习开始阶段，先对学生下达“任务书”，使学生明确要完成的任务及要完成该任务需具备的操作能力和知识能力，任务驱动，激发学生学习的主动性和求知欲。

2. 教、学、做一体化。以典型的工作任务为载体，融知识与能力于一体，避免了理论知识与操作技能脱节的现象，每个实训项目可操作性强，教学活动在实训室完成，较好地实现了教、学、做一体化。

3. 重应用。充分体现高职教育特色，本着理论知识“必须”、“够用”为度的原则，突出职业能力的培养，树立理论知识的学习是为职业能力的获取与提升服务的理念，紧紧围绕工作任务的完成，开展理论知识的学习，增强学习的目的性。

4. 结构合理，符合认知规律。无论是理论知识还是操作技能都做到了由浅入深、由简单到复杂的认知规律。

5. 每个情境后都配有“能力测评与提升”训练项目。学生可通过这一项目的训练，使能力得到鉴定与提升。

本教材上册由淄博职业学院房爱敏、董素芳主编，辽宁石化职业技术学院王宝仁担任副主编，淄博职业学院桑潇参编；下册由淄博职业学院房爱敏主编，淄博职业学院孙丰江、孟海涛担任副主编。具体分工如下：房爱敏编写学习情境一、二、三、八、九、十、十一、十五以及附录；董素芳编写学习情境七和学习情境六中的任务三；王宝仁编写学习情境四、五；桑潇编写学习情境六中的任务一、二及四；孙丰江编写学习情境十二、十三，孟海涛编

写学习情境十四。全书由房爱敏负责拟定编写提纲，并做最后的统稿和修改定稿工作。本教材上册由淄博职业学院耿佃国主审，下册由淄博职业学院耿佃国、辽宁石化职业技术学院王宝仁主审，并提出了一些宝贵的意见和建议，在此表示衷心感谢。

在教材编写过程中得到了山东新华制药有限公司、山东大成农药股份有限公司、烟台万华集团公司、山东理工大学化工学院等多位企业技术专家和课程专家的热情帮助与支持，淄博职业学院化工系的许多同仁也给予了大力支持，在此表示衷心的感谢。

另外，在教材编写过程中还借鉴和采纳了许多专家的研究成果，淄博职业学院的禹坤教授为教材的出版给予了大力的帮助，在此一同表示衷心的感谢。

高职高专教育的模式、内容、理念正处在较深入的探索阶段，教材是体现高职教育模式、内容、理念的最直接的一种表现形式，如何更好、更有效地提高我国职业教育的水平尚需反复探索与实践，限于编者的水平和时间的仓促，疏漏之处在所难免，很多地方需要在使用过程中去加以修改和完善，衷心希望专家和使用本书的师生给予更多的建议，对此谨致以最真诚的谢意。

编 者
2010 年 9 月

目 录

(下 册)

学习情境八 物质物理常数的测定技术	1
【任务书一】 密度的测定（韦氏天平法测定密度）	1
一、能力目标	1
二、知识目标	1
三、学、教说明	1
四、工作准备	1
五、工作过程	2
六、注意事项	3
【相关知识】	3
一、密度瓶法	3
二、密度计法	4
【任务书二】 熔点的测定	5
一、能力目标	5
二、知识目标	6
三、学、教说明	6
四、工作准备	6
五、工作步骤	6
【相关知识】	7
一、熔点	7
二、毛细管熔点测定方法	8
三、数字显微熔点仪测定法	10
四、注意事项	10
【任务书三】 石油产品运动黏度的测定	11
一、能力目标	11
二、知识目标	11
三、学、教说明	11
四、工作准备	11
五、工作步骤	12
六、注意事项	12
【相关知识】	13
一、毛细管黏度计法	13
二、恩氏黏度计法	14
三、旋转黏度计法	16
【任务书四】 折光率测定	17
一、能力目标	17
二、知识目标	17
三、学、教说明	17
四、工作准备	17
五、工作步骤	18
六、注意事项	18
【相关知识】	18
一、光的折射现象与临界角	19
二、阿贝折光仪	20
【能力测评与提升】	22
学习情境九 烃	25
【任务书一】 正确区别庚烷、1-庚烯及 1-庚炔	25
【任务书二】 以乙炔为原料，设计生产氯丁橡胶的路线	25
一、能力目标	25
二、知识目标	25
三、学、教说明	25
【相关知识】	25
一、有机化合物的基础知识	25
二、碳原子的成键特征	28
三、脂肪烃的命名方法	31
四、烷烃的性质及应用	35
五、烯烃的性质及应用	39
六、炔烃的性质及应用	45
七、共轭二烯烃的性质及应用	48
【能力测评与提升】	50

【任务书三】 正确区别苯、甲苯、苯乙烯、苯乙炔	53	七、注意事项	54
【任务书四】 溴苯的制备	53	【相关知识】	54
一、能力目标	53	一、脂环烃	54
二、知识目标	53	二、单环芳烃	58
三、学、教说明	53	三、简单的稠环芳烃	66
四、工作准备	53	* 四、芳烃的来源	68
五、实训原理	53	* 五、重要芳烃——苯、甲苯、二甲苯的利用	68
六、工作步骤	54	【能力测评与提升】	70
学习情境十 卤代烃	73		
【任务书一】 正确区分 1-氯丁烷、2-氯丁烷和叔丁基氯	73	【相关知识】	73
【任务书二】 设计以乙烯为原料合成格利雅试剂 $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{MgBr}$ 的路线	73	一、卤代烃的分类	73
一、能力目标	73	二、卤代烃的命名	73
二、知识目标	73	三、卤代烷烃的物理性质	74
三、学、教说明	73	四、卤代烷烃的化学性质	75
		五、卤代烯烃与卤代芳烃	79
		【能力测评与提升】	80
学习情境十一 醇 醚 酚	82		
【任务书一】 正溴丁烷的制备	82	五、醚的分类和命名	91
一、能力目标	82	六、醚的物理性质及应用	91
二、知识目标	82	七、醚的化学性质及应用	92
三、学、教说明	82	八、重要的醚	93
四、工作准备	82	【任务书二】 正确区别苯酚、间苯二酚、对苯二酚、 β -萘酚	93
五、实训原理	82	一、能力目标	93
六、工作步骤	83	二、知识目标	93
七、注意事项	83	三、学、教说明	94
【相关知识】	84	【相关知识】	94
一、醇的分类和命名	84	一、酚	94
二、醇的物理性质	85	二、重要的酚	98
三、醇的化学性质及应用	86	【能力测评与提升】	99
四、重要的醇	89		
学习情境十二 醛、酮、羧酸	101		
【任务书一】 正确区分乙醛、苯甲醛、丙酮	101	四、重要的醛、酮	109
一、能力目标	101	【任务书二】 乙酸乙酯的制备	111
二、知识目标	101	一、能力目标	111
三、学、教说明	101	二、知识目标	111
【相关知识】	101	三、学、教说明	111
一、醛、酮的分类和命名	101	四、工作准备	111
二、醛和酮的物理性质	103	五、实训原理	111
三、醛和酮的化学性质及其应用	103	六、工作步骤	112
		七、注意事项	112

【相关知识】	113	三、重要的羧酸	117
一、羧酸的分类、命名	113	【能力测评与提升】	119
二、羧酸的性质	114		
学习情境十三 含氮有机化合物	122		
【任务书】 甲基橙的制备	122	七、注意事项	123
一、能力目标	122	【相关知识】	124
二、知识目标	122	一、硝基化合物	124
三、学、教说明	122	二、胺	127
四、工作准备	122	三、重氮化合物和偶氮化合物	131
五、实训原理	122	四、腈	135
六、工作步骤	123	【能力测评与提升】	136
学习情境十四 杂环化合物	139		
【任务书】 呋喃甲醇和呋喃甲酸的制备	139	七、注意事项	140
一、能力目标	139	【相关知识】	140
二、知识目标	139	一、杂环化合物的分类和命名	141
三、学、教说明	139	二、结构与芳香性	142
四、工作准备	139	三、重要的杂环化合物	142
五、实训原理	139	【能力提升与测评】	146
六、工作步骤	140		
学习情境十五 高分子有机化合物的合成	148		
【任务书】 聚苯乙烯的制备	148	七、注意事项	149
一、能力目标	148	【相关知识】	149
二、知识目标	148	一、高分子化合物基础知识	149
三、学、教说明	148	二、聚合反应	152
四、工作准备	148	三、加成聚合反应	153
五、实训原理	148	四、缩合聚合反应	157
六、工作步骤	148	【能力测评与提升】	162
学习情境十六 化学综合实训	164		
【任务书一】 从茶叶中提取咖啡因	164	三、学、教说明	166
一、能力目标	164	四、工作准备	166
二、知识目标	164	五、实训原理	166
三、学、教说明	164	六、工作步骤	166
四、工作准备	164	七、注意事项	167
五、实训原理	164	八、问题与思考	167
六、工作步骤	165	【任务书三】 阿司匹林的制备	167
七、实验关键及注意事项	165	一、能力目标	167
八、问题与思考	165	二、知识目标	167
【任务书二】 环己烯的制备	166	三、学、教说明	167
一、能力目标	166	四、工作准备	167
二、知识目标	166	五、实训原理	168

六、工作步骤	168	八、问题与思考	169
七、注意事项	169	【任务书四】 设计合成乙酰苯胺	169

附录	171
附录一 一些物质的热力学数据 (298.15K)	171
附录二 一些物质的标准摩尔燃烧焓 (298.15K)	173
附录三 常见弱酸弱碱的解离常数 (298.15K)	174
附录四 常见配离子的稳定常数 (298.15K)	175
附录五 一些电极的标准电极电势 (298.15K)	176
附录六 一些难溶化合物的溶度积 (298.15K)	179

参考文献	180
------------	-----

化学元素周期表

学习情境八 物质物理常数的测定技术

物理常数是物质的特性常数，在一定程度上反映了分子结构的特性，根据物理常数可以鉴定物质，检验化合物的纯度，确定化合物的浓度等。工业生产中的原料、中间体和产品是否合格，常以物理常数作为质量检验的重要控制指标之一。物理常数主要包括密度、熔点、沸点、凝固点、黏度、饱和蒸气压、折射率、比旋光度、电导率、表面张力等。在上册我们已经学习了沸点、饱和蒸气压、比旋光度、电导率的测定技术，在这里我们将重点学习密度、熔点、黏度、折光率的测定技术。

【任务书一】 密度的测定（韦氏天平法测定密度）

一、能力目标

1. 学会韦氏天平的装配及使用技术；
2. 学会测定密度的操作技能。

二、知识目标

1. 了解密度的含义及测定密度的意义；
2. 了解测定密度常用的方法，掌握各种密度测定方法的原理。

三、学、教说明

学生在自学完成【相关知识】基础上，由教师引领，熟习实训室环境，并在教师的指导下认识各种密度测定方法所用的仪器、特点及使用方法，然后用韦氏天平法完成【任务书一】密度的测定。

四、工作准备

1. 仪器：韦氏天平、恒温水浴、量筒（100mL）。
2. 试剂：高纯水（新）、三氯甲烷（A. R.）、乙醇（A. R.）。
3. 实训原理

韦氏天平法测定密度的基本依据是阿基米德定律，即当物体完全浸入液体时，它所受到的浮力或所减轻的质量等于该物体排开液体的质量。因此，在一定温度下（20℃），分别测出同一物体（玻璃浮锤）在水及试样中的浮力，即可计算试样的密度。由于浮锤排开水和试样的体积相同，而浮锤排开水的体积为：

$$V = \frac{m_{\text{水}}}{\rho_0} \quad (8-1)$$

所以试样的密度为：

$$\rho = \frac{m_{\text{样}}}{m_{\text{水}}} \rho_0 \quad (8-2)$$

式中 ρ ——试样于 20℃ 时的密度，g/cm³；

$m_{\text{样}}$ ——浮锤浸于试样中时的浮力（骑码读数），g；

$m_{\text{水}}$ ——浮锤浸于水中时的浮力（骑码读数），g；
 ρ_0 ——20℃时水的密度，0.99820g/cm³。

4. 测定仪器——韦氏天平

韦氏天平的构造如图 8-1 所示，它主要由支架、栋梁、玻璃浮锤及骑码组成。天平的横梁 4 用支架支持在刀座 5 上，梁的两臂形状不同且不等长。长臂上刻有分度，末端有悬挂玻璃浮锤的钩环 7，短臂末端有指针，当两臂平衡时，指针应和固定指针 3 水平对齐。旋松支柱紧定螺丝 2，可使支柱上下移动。支柱的下部有一个水平调整螺钉 11，横梁的左侧有水平调节器，它们可用于调节天平在空气中的平衡。

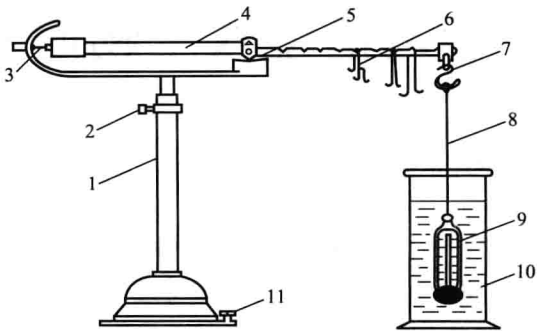


图 8-1 韦氏天平

1—支架；2—支柱紧定螺丝；3—固定指针；
4—横梁；5—刀座；6—骑码；7—钩环；
8—细白金丝；9—浮锤；10—玻璃筒；11—水平调整螺钉

每台天平有两组骑码，每组有大小不同的四个骑码。最大骑码的质量等于浮锤在 20℃ 的水中所排开水的质量，其他骑码为最大骑码的 1/10，1/100，1/1000。四个骑码在各个位置上的读数如表 8-1。

表 8-1 韦氏天平各骑码位置的读数

骑码位置	一号骑码	二号骑码	三号骑码	四号骑码
放在第十位时	1	0.1	0.01	0.001
放在第九位时	0.9	0.09	0.009	0.0009
...	...	...	...	...
放在第一位时	0.1	0.01	0.001	0.0001

例如，一号骑码在第 8 位上，二号骑码在第 7 位上，三号骑码在第 6 位上，四号骑码在第 3 位上，则读数为 0.8763。

五、工作过程

1. 将恒温水浴接通电源，开启恒温水浴开关，将温度恒定在 (20±0.1)℃ 范围内。
2. 按图 8-1 所示安装韦氏天平。先用等重砝码使天平平衡，再用玻璃浮锤使天平平衡，两者允许误差±0.005g，否则需作调节。
3. 取 100mL 量筒一个，加入经煮沸并冷却至 20℃ 左右的蒸馏水 100mL，用乙醇擦净浮锤，用蒸馏水洗 2~3 次，并全部浸入水中，不得带入气泡，浮锤不得与量筒壁或量筒底接触。把量筒置于恒温水浴中，恒温 20min 以上，然后由大到小把骑码加在栋梁的 V 形槽上，使指针重新水平对齐，记录骑码读数 $m_{\text{水}}$ 。
4. 将玻璃浮锤取出，倒出量筒内的水，用乙醇洗涤后，用少量三氯甲烷洗 2~3 次。向量筒内注入试样三氯甲烷（或乙醇）100mL，立即将浮锤全部浸入三氯甲烷中。同 3 恒温，记录骑码读数 $m_{\text{样}}$ 。

5. 数据处理

$$\rho_{\text{样}} = \frac{m_{\text{样}}}{m_{\text{水}}} \times 0.99820$$

六、注意事项

1. 测定过程中，严格控制温度。
2. 韦氏天平使用完毕后，应将骑码全部取下，当需移动天平时，应将栋梁等零件取下，以免损坏刀座。
3. 取用玻璃浮锤时，必须十分小心，轻取轻放，一般右手用镊子夹住吊钩，左手垫绸布或清洁滤纸托住玻璃浮锤，以防损坏。
4. 定期进行清洁工作和计量性能检定。

【相关知识】

密度是物质的重要物理常数之一。测定密度可以定性鉴定化合物，判断化合物的纯度。

物质的密度是指在规定的温度 $t^{\circ}\text{C}$ 下单位体积物质的质量，单位为 g/cm^3 或 g/mL ，以 ρ_t 表示：

$$\rho_t = \frac{m}{V} \quad (8-3)$$

式中 m ——物质的质量， g ；

V ——物质的体积， cm^3 或 mL 。

由于物质热胀冷缩，其体积随温度的变化而变化，所以物质的密度也随之而变。因此，同一物质在不同温度下测得的密度是不同的，表示密度时必须注明温度，常以 20°C 为准。国家标准规定化学试剂的密度系指在 20°C 时单位体积物质的质量，用 ρ 表示。在其他温度时，则必须在 ρ 的右下角注明温度，即用 ρ_t 表示。

物质的密度与其分子间的作用力有关。若物质中有杂质，则改变了分子间的作用力，密度也随之改变。所以根据密度可以区分化学组成相似而密度不同的化合物、检验化合物的纯度及定量分析物质的浓度。因此在生产中，密度是物质产品质量控制指标之一。此外，由密度还可以估算物质的其他物理性质，如沸点、黏度、表面张力等。

液体和固体的密度受压力的影响极小，因此在测定其密度时通常不考虑压力的影响。密度的测定，包括气体、液体和固体密度的测定。其中液体密度的测定除韦氏天平法外，常用的还有密度瓶法和密度计法。

一、密度瓶法

密度瓶法可用于测定非挥发性液体的密度。

1. 测定原理

在 20°C 时，分别测定充满同一密度瓶的水及试样的质量，由水的质量及密度可以确定密度瓶的容积即试样的体积，由此可计算试样的密度。

即
$$V = \frac{m_{\text{水}}}{\rho_0} \quad (8-4)$$

$$\rho = \frac{m_{\text{样}}}{m_{\text{水}}} \rho_0 \quad (8-5)$$

式中 $m_{\text{样}}$ —— 20°C 时充满密度瓶的试样质量， g ；

$m_{\text{水}}$ —— 20°C 时充满密度瓶的水的质量， g ；

ρ_0 —— 20°C 时水的密度， g/cm^3 ， $\rho_0 = 0.99820 \text{g}/\text{cm}^3$ 。

由于是在空气中称取水和试样的质量的，必然受到空气浮力的影响。因此，必须按下式计算密度，以校正空气的浮力。

$$\rho = \frac{m_{\text{样}} + A}{m_{\text{水}} + A} \rho_0 \tag{8-6}$$

$$A = \frac{m_{\text{水}}}{0.9970} \rho_0 \tag{8-7}$$

式中 A——空气浮力校正值，即在空气中称量试样和蒸馏水比在真空中减轻的质量，g；
0.9970—— ρ_0 与干燥空气在 0℃、101325Pa 时的密度 (0.0012g/cm³) 之差。

通常，A 值的影响很小，可以忽略。

2. 测定仪器——密度瓶

密度瓶有各种形状和规格，常用的有球形的普通型密度瓶（见图 8-2）和标准型密度瓶（见图 8-3）。标准型密度瓶是附有特制温度计、带有磨口帽的小支管的密度瓶。容积一般为 5mL、10mL、25mL 等。

3. 测定方法

① 将密度瓶洗净并干燥，连同温度计及侧孔罩一起在分析天平上精确称量。

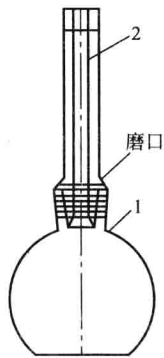


图 8-2 普通型密度瓶
1—密度瓶主体；2—毛细管

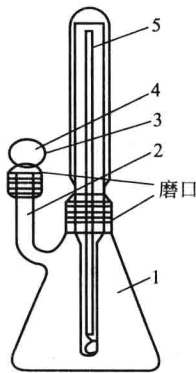


图 8-3 标准型密度瓶
1—密度瓶主体；2—侧管；3—侧孔；4—罩；5—温度计

② 取下温度计及侧孔罩，用新煮沸并冷却至约 20℃ 的蒸馏水充满密度瓶，插入温度计，置于恒温水浴中达 (20±0.1)℃，盖上侧孔罩，取出密度瓶，用滤纸擦干其外壁的水，立即称量。

③ 将密度瓶中的水倒出，洗净并使之干燥，以试样代替蒸馏水重复②的操作。

④ 按式 (8-6) 计算试样的密度。

二、密度计法

密度计法测定密度快速、简便，直接读数，但准确度较差，且所需试样量较多。常用于精度要求不太高的工业生产中的液体密度的日常控制测定。

1. 测定原理

密度计法测定密度的依据是阿基米德定律。密度计上的刻度标尺越向上，则表示密度越小。在测定密度较大的液体时，由于密度计排开液体的质量越大，所受到的浮力也就越大，故密度计就越向上浮；反之，液体的密度越小，密度计就越往下沉。由此根据密度计浮于液

体的位置,可直接读出所测液体试样的密度。

2. 测定仪器——密度计

密度计是一支封口的玻璃管,中间部分较粗,内有空气,下部装有小铅粒形成重锤,能使密度计直立于液体中,管内有刻度标尺,可以直接读出密度值。如图 8-4 所示。

密度计都是成套的,一般每套有 7~14 支左右,每支只能测定一定范围的密度,使用时按试样的密度选择合适的密度计。

(1) 普通密度计 图 8-4(a) 是普通密度计,是直接以 20℃ 时的密度值为刻度的。0.700~1.000 为轻表,用来测量比水轻的液体;1.000~2.000 为重表,用来测量比水重的液体。

(2) 附有温度计的糖锤度密度计 图 8-4(b) 是糖锤度密度计,又称勃力克斯计(Brixscale,简写为 °Be),是专用于测定糖液浓度的,以 20℃ 的质量分数为刻度的。

(3) 波美密度计 图 8-4(c)、(d) 是波美密度计,波美密度计有两种:一种叫重表,用于测量比水重的液体;另一种叫轻表,用于测量比水轻的油类、醚类、丙酮等有机液体。当测得波美度后,从相应化学手册的对照表中可以方便地查出溶液的质量分数。例如,在 15℃ 测得浓硫酸的波美度是 66°Be,查表可知硫酸的质量分数是 98%。

现在对不同溶液的波美表都是专用的,如酒精波美表、盐水波美表,这种波美表上面,有测定溶液波美度对应的该种类溶液的浓度,可以直接读数,不用查表了。

波美度与密度换算方法:

波美重表:波美度=144.3-(144.3/密度);密度=144.3/(144.3-波美度)

波美轻表:密度=144.3/(144.3+波美度)

(4) 酒精密度计 是测量酒精浓度的密度计,是用已知酒精浓度的纯酒精溶液来标定的。以 20℃ 时在蒸馏水中定为 0,在 1% 的酒精溶液中定为 1,即 100mL 酒精溶液中含乙醇 1mL,故从酒精密度计上直接读取的是酒精溶液的体积分数。

注意:当样品中酒精含量低时,测量误差较大;T≠20℃ 时要校正。

3. 测定方法

① 将待测试样注入清洁、干燥的玻璃量筒中,先用少量样液洗涤适当容量的量筒内壁,用手拿住洁净密度计的上端,轻轻地插入试样中,试样中不得有气泡,密度计不得接触量筒壁及量筒底,用手扶住使其缓缓上升。

② 密度计平稳后,水平观察,读取待测液弯月面上缘的读数即为该试样的密度,同时测量试样的温度。

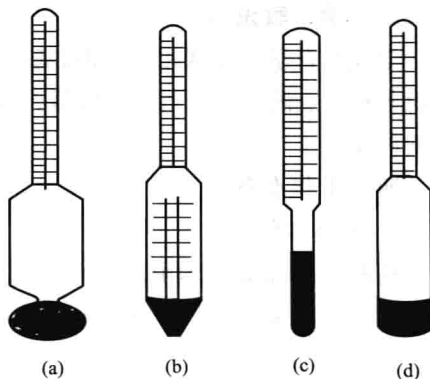


图 8-4 密度计

(a) 普通密度计; (b) 附有温度计的糖锤度密度计; (c)、(d) 波美密度计

【任务书二】 熔点的测定

一、能力目标

1. 学会熔点测定仪器的安装;

2. 掌握用提勒管和数显式熔点仪测定熔点的基本操作。

二、知识目标

1. 了解熔点的意义；
2. 了解熔点测定的意义。

三、学、教说明

学生在自学完成【相关知识】基础上，由教师引领，熟悉实训室环境，并在教师的指导下认识各种熔点测定方法所用的仪器、特点及使用方法，然后用 Thiele 管法完成【任务书二】熔点的测定。

四、工作准备

1. 药品和仪器

药品：浓硫酸、苯甲酸（A. R）、未知样品。

仪器：温度计、B 型管（Thiele 管）、毛细管、酒精灯、表面皿、长玻璃管等。

2. 实训原理

将试样研细装入毛细管，置于热浴中逐渐升温，观察毛细管中试样的熔化情况。当试样出现明显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。记录初熔点的温度和终熔点的温度即为熔点范围（熔距）。

五、工作步骤

1. 熔点管的制备

取内径约 1mm、长 100mm 的毛细管，将其一端在酒精灯上封口，即制得熔点管。

2. 样品的装入

将少许苯甲酸放于干净表面皿上，用玻璃棒将其研细并集成一堆。把毛细管开口一端垂直插入堆积的样品中，使一些样品进入管内，然后，把该毛细管垂直桌面轻轻上下振动，使苯甲酸进入管底，然后将装有样品的毛细管的管口向上，放入长约 50~60cm 垂直桌面的玻璃管中，管下可垫一表面皿，使之从高处落于表面皿上，如此反复几次后，可把样品装实，样品高度 2~3mm。

3. 测熔点

按图 8-6（b）搭好装置，放入导热液（浓硫酸），用温度计水银球蘸取少量加热液，小心地将熔点管粘附于水银球壁上，或剪取一小段橡皮圈套在温度计和熔点管的上部。将粘附有熔点管的温度计小心地插入加热浴中，以小火在图示部位加热。开始时升温速率可以快些，当导热液温度距离该化合物熔点约 10~15℃ 时，调整火焰使每分钟上升约 1~2℃，愈接近熔点，升温速率应愈缓慢，每分钟约 0.2~0.3℃。记下试样开始塌落并有液相产生时（初熔）和固体完全消失时（全熔）的温度读数，即为该化合物的熔距。重复 2~3 次。

4. 未知样品熔点的测定

重复上述 1~3 操作，测定未知样的熔点，粗测一次，平行精测 2 次。

5. 根据所测熔点，推测可能化合物，并向指导教师索取该化合物，测定其熔点。若测得熔点与未知样相同，再将其与未知样混合并测定混合样的熔点，观察其熔程，确认测定结果。

6. 数据记录及处理

样品	测定值/℃		平均值/℃	文献值/℃
苯甲酸	第一次			
	第二次			
未知样	第一次			
	第二次			
确认样	第一次			
	第二次			
混合样	第一次			
	第二次			

【相关知识】

一、熔点

熔点是物质重要的物理常数。通过测定固体化合物的熔点，可以定性地鉴别化合物及确定化合物的纯度。

在常压下，固体物质受热而从固态转变成液态的过程，叫做熔化；反之，当物质放热时，从液态转变为固态的过程叫凝固。在标准大气压下物质的固态与液态成平衡时的温度称为该物质的熔点。物质开始熔化至全部熔化的温度范围，叫做熔点范围或熔距。

纯物质固、液态之间的变化相当敏锐，熔点范围狭窄，一般不超过 $0.5\sim 1^{\circ}\text{C}$ 。若混有杂质时，熔点下降，并且熔点范围变宽。

但应注意：少数易分解的有机化合物虽然很纯，但也没有固定的熔点，且熔点距离也较大。这是样品受热尚未熔融前就局部分解，分解产物的存在犹如引入了杂质。

1. 纯物质的熔点

纯物质的熔点可以从蒸气压与温度的变化曲线（见图 8-5）来理解。固态蒸气压-温度曲线 SM 的变化速率比相应的液态蒸气压-温度曲线 ML 的变化速率大，因而两曲线相交在 M 点，这时的温度 T_M 即为该物质的熔点。只有在此温度时，固液两相的蒸气压才相等，固液两相才达到平衡，这就是纯晶体物质有固定熔点的原因。当温度稍超过 T_M ，即使很小的变化时，只要有足够的时间，固体就可以全部转变为液体。因此，为了精确测定熔点，在接近熔点时加热速率一定要缓慢，这样才能使熔化过程尽可能接近于两相平衡的条件。

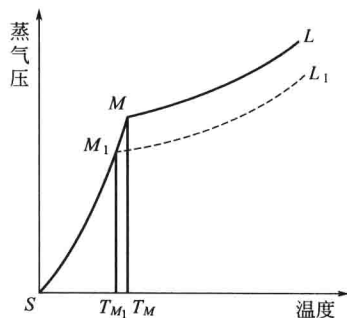


图 8-5 蒸气压-温度曲线

2. 杂质对熔点的影响

若化合物含有杂质，并假定两者不生成固溶体，则根据拉乌尔定律，在一定压力和温度下，在溶剂中增加溶质的量，将导致溶剂蒸气分压的降低，所以出现新的液态曲线 M_1L_1 （见图 8-5），在 M_1 点建立新的平衡，相应的温度为 T_{M_1} ，即发生熔点下降。应当指出，如有杂质存在，熔化过程中固相和液相平衡时的相对量在不断改变，因此两相平衡时不是一个温度点 T_{M_1} ，而是从最低共熔点（与杂质能共同结晶成共熔混合物，

其熔化的温度称为最低共熔点)到 T_{M_1} 一段。这说明杂质的存在不但使初熔温度降低,而且还会使熔程变长,所以在测熔点时一定要记录初熔和全熔的温度。因此,熔点是晶体化合物纯度的重要指标。有机化合物熔点一般不超过 350°C ,较易测定,故可借测定熔点来鉴别未知物或判断其纯度。

在鉴定某未知物时,如测得其熔点和某已知物的熔点相同或相近时,不能认为它们为同一物质。还需取未知物 and 标准品,将它们研细并混合均匀,测定混合物的熔点。若熔点下降或熔距变宽,即可断定它们不是同一化合物。如果混合物的熔点不发生变化,基本可以肯定为同一种物质。测定混合物熔点时,至少要测定三种比例,即 1:9, 1:1, 9:1。

熔点的测定方法常用的有毛细管法和显微熔点法等。

二、毛细管熔点测定方法

1. 毛细管熔点测定法所需仪器

毛细管法测定熔点的常用装置有双浴式和提勒管两种,见图 8-6。

(1) 毛细管(熔点管) 是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 0.1~0.15mm,长度 80~100mm。

(2) 温度计 测量温度计为单球内标式,分度值为 0.1°C ,并具有适当量程。辅助温度计为一般温度计,分度值为 1°C ,且具有适当量程。

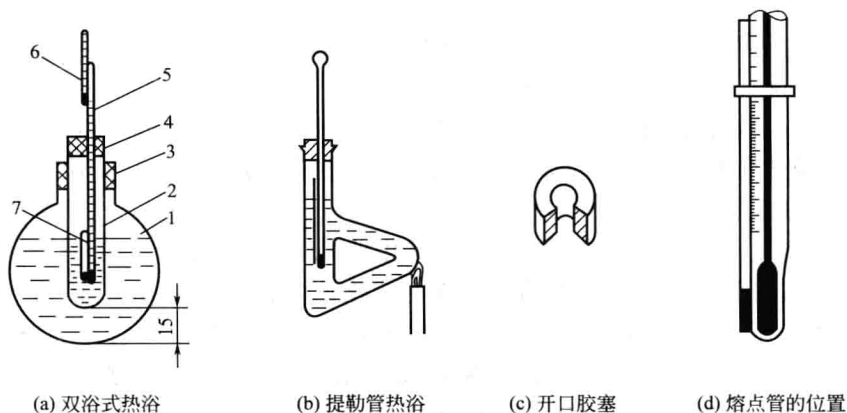


图 8-6 毛细管熔点测定装置

1—圆底烧瓶; 2—试管; 3, 4—开口胶塞; 5—温度计; 6—辅助温度计; 7—毛细管

(3) 圆底烧瓶 容积为 250mL, 球部直径 80mm, 颈长 20~30mm, 口径约 30mm。

(4) 试管 长度 100~110mm, 口径约为 20mm。

(5) 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、容易控制加热速率的优点,是目前一般实验室最常用的熔点测定装置。

载热体应选用沸点高于被测物质全熔温度,而且性能稳定、清澈透明、黏度小的液体。常用载热体见表 8-2。