

高等医学院校教材

(供临床 预防 法医 口腔 护理 麻醉 影像及药学 检验等专业使用)

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

主 编 李映苓
副主编 郭蕴苹 黄 燕

云南大学出版社

高等医学院校教材

(供临床 预防 法医 口腔 护理 麻醉 影像及药学 检验等专业使用)

有机化学实验

YOUJI HUAXUE SHIYAN

主 编 李映蓉
副主编 郭蕴萃 黄 燕

云南大学出版社

内 容 简 介

本书内容包括有机化学实验基本知识 with 基本操作、有机化合物的性质及其制备、有机化合物的定性 with 定量分析、有机化学综合设计性 with 应用性实验及部分英文实验，并以科研成果为基础，将自行设计包含大部分有机化学实验基本操作技术的“青蒿素的提取系列实验”编入本书，使本书更具有其独特风格。本书可作为医药学各专业学生有机化学实验教学用书，亦可作为从事有机化学实验工作人员的参考书。

图书在版编目 (CIP) 数据

有机化学实验/李映苓主编. —昆明: 云南大学出版社, 2008

ISBN 978 - 7 - 81112 - 521 - 4

I. 有… II. 李… III. 有机化学—化学实验 IV. Q62 - 33

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 017368 号

高等医学院校教材

有机化学实验

主 编 李映苓

副主编 郭蕴苹 黄 燕

责任编辑: 朱光辉 纳文汇

封面设计: 丁群亚

出版发行: 云南大学出版社

印 装: 昆明银河印刷厂

开 本: 787mm × 1092mm 1/16

印 张: 9

字 数: 220 千

版 次: 2008 年 2 月第 1 版

印 次: 2008 年 7 月第 2 次印刷

书 号: ISBN 978 - 7 - 81112 - 521 - 4

定 价: 14.00 元

社 址: 云南省昆明市翠湖北路 2 号云南大学英华园内
(邮编: 650091)

发行电话: 0871 - 5033244 5031071

网 址: <http://www.ynup.com>

E - mail: market@ynup.com

前 言

为适应 21 世纪高等医学教育的发展,深化教育改革,提高有机化学实验教学质量,我们在总结多年教学经验,特别是在有机化学实验微型化改革以及将科研成果引入实验教学大胆尝试的基础上,参考国内外有关书籍,编写了这本《有机化学实验》教材,供医药院校临床、预防、法医、口腔、护理、麻醉、影像及药学、检验等专业学生使用。

本教材的编写是该校加强和完善自身教材建设的一次尝试,也是我们将成熟的科研成果引入实验教学的一种探索,目的在于推动和深化基础课教学内容和课程体系的改革。本教材力求加强对学生有机化学实验基本操作的训练,提高学生分析和解决问题的能力,培养学生严肃、严谨、严格的科学态度和良好的实验素质。在内容安排上既有常规、系统的有机化学实验基本知识和基本操作,也有与医学和药学紧密结合的实验方法和技术,还有经过多年实践的有机化学微型实验内容,特别是编入了以科研成果“青蒿素的提取工艺”为基础设计而成的,且包含了大部分有机化学实验基本操作技术的“青蒿素的提取系列实验”,使该教材更具有独特的风格。同时,为更好地适应高等医学教育发展的需要,编写了一定数量的综合设计、应用性实验。这对拓宽学生的视野,开发学生的智能,提高其动手能力、独立工作能力以及培养他们的创新思维能力都是十分有益的。结合该校双语教学的开展,选编了部分英文实验。

本教材共分六章。第一章为有机化学实验基本知识;第二章为有机化学实验基本操作;第三章为有机化合物的性质;第四章为有机化合物的制备;第五章为综合设计、应用性实验;第六章为英文实验,共包括 45 个实验,供教学学时不同的医药各专业选用。每个实验附有思考题,用于帮助学生加深对实验内容的理解和掌握。

本教材编写过程中得到了昆明医学院、昆明医学院海源学院各级领导和云南大学出版社的支持、关心和鼓励,在此表示由衷的谢意。

由于编写时间仓促,编者水平有限,教材中的不妥或错误之处,敬请批评指正。

编 者

2007 年 10 月于昆明

目 录

第一章 有机化学实验基本知识	(1)
第一节 有机化学实验室规则	(1)
第二节 有机化学实验安全知识	(2)
一、实验事故的预防	(2)
二、实验事故的处理	(2)
第三节 有机化学实验常用的仪器和设备	(3)
一、常用的玻璃仪器	(3)
二、常用的精密仪器及其使用	(4)
三、常用的设备	(7)
第二章 有机化学实验基本操作	(9)
第一节 有机化合物物理常数的测定	(9)
一、熔点测定和温度计校正	(9)
二、沸点测定	(13)
三、折光率的测定	(14)
四、旋光度的测定	(17)
第二节 有机化合物的分离和提纯	(20)
一、常压蒸馏及沸点的测定	(20)
二、减压蒸馏	(22)
三、水蒸气蒸馏	(26)
四、分 馏	(28)
五、重结晶	(29)
六、萃 取	(33)
七、升 华	(36)
八、外消旋体的拆分	(37)
第三节 色谱法	(38)
一、柱色谱	(39)
二、薄层色谱	(42)
三、纸色谱	(45)
实验一 熔点的测定	(46)
实验二 沸点的测定(微量法)	(48)
实验三 折光率的测定	(49)

实验四	比旋光度的测定	(49)
实验五	桉叶油的提取 (水蒸气蒸馏)	(50)
实验六	咖啡因的提取 (索氏提取法和升华法)	(52)
实验七	黄连素的提取 (回流提取法、减压抽滤)	(54)
实验八	(±)- α -苯乙胺外消旋体的拆分	(56)
实验九	氨基酸的分离与鉴定 (纸色谱法)	(59)
实验十	色素混合液的分离和鉴定 (薄层色谱法)	(60)
实验十一	磺胺类药物的分离与鉴定 (薄层色谱法)	(61)
实验十二	柱层析分离甲基橙和次甲基兰 (柱层析法)	(63)
第三章 有机化合物的性质		(65)
第一节 有机化合物的化学性质		(65)
实验十三	烃、卤代烃、醇和酚的化学性质	(65)
实验十四	醛、酮、羧酸和羧酸衍生物的化学性质	(68)
实验十五	含氮化合物的化学性质	(70)
实验十六	糖的化学性质	(72)
第二节 有机化合物的定性分析		(74)
实验十七	维生素 B ₁₂ 注射液的定性和定量分析 (紫外/可见分光光度法)	(74)
实验十八	苯甲酸和苯乙酮的红外吸收光谱的测定	(76)
第三节 有机化合物的定量分析		(77)
实验十九	可见分光光度法测定钴的含量	(77)
实验二十	可见分光光度法测定微量铁的含量	(79)
实验二十一	紫外分光光度法同时测定磺胺噻唑和磺胺二甲基嘧啶的含量	(81)
实验二十二	荧光分光光度法测定奎宁的含量	(83)
实验二十三	荧光分光光度法测定维生素 B ₂ 的含量	(85)
实验二十四	气相色谱法测定酒中乙醇的含量	(87)
实验二十五	高效液相色谱法测定茶叶中咖啡因的含量	(89)
第四章 有机化合物的制备		(92)
第一节 常规实验制备有机化合物		(92)
实验二十六	乙酰乙酸乙酯的制备 (Claisen 酯缩合)	(92)
实验二十七	巴比妥酸的合成 (丙二酸二乙酯合成法)	(94)
实验二十八	对-氨基苯磺酰胺的合成 (氯磺化反应等多步反应)	(96)
实验二十九	安息香的辅酶合成 (安息香缩合反应)	(99)
实验三十	肉桂酸的制备 (Perkin 反应)	(101)
实验三十一	香豆素-3-羧酸的制备 (Knoevenagel 缩合反应)	(102)
第二节 微型实验制备有机化合物		(103)
实验三十二	乙酰水杨酸的制备 (酰化反应)	(104)
实验三十三	二苯叉丙酮的制备 (Claisen-Schmidt 反应)	(106)

实验三十四 苯甲酸的制备 (芳香烃侧链的氧化反应)	(107)
实验三十五 甲基橙的制备 (重氮化及偶联反应)	(109)
实验三十六 呋喃甲酸和呋喃甲醇的制备 (Cannizzaro 反应)	(111)
实验三十七 呋喃安息香的辅酶合成 (安息香缩合反应)	(112)
第五章 综合设计、应用性实验	(115)
第一节 综合设计性实验	(115)
实验三十八 有机化合物的鉴别 (一)	(115)
实验三十九 有机化合物的鉴别 (二)	(116)
第二节 综合应用性实验	(118)
实验四十 青蒿素的提取系列实验	(119)
第六章 英文实验	(123)
Experiment 1 Boiling Point Determination	(123)
Experiment 2 Vacuum Distillation	(124)
Experiment 3 Paper Chromatography	(126)
Experiment 4 Thin Layer Chromatography	(128)
Experiment 5 The Preparation of Acetylsalicylic Acid	(130)
附 录	
附录1 常用有机溶剂的沸点和密度表	(132)
附录2 一些常见特殊有机试剂的配制	(133)
附录3 实验报告样本	(135)
主要参考文献	(136)
后 记	(137)

第一章 有机化学实验基本知识

有机化学是一门以实验为基础的化学,许多有机化学理论都来自实验,实验课是提高有机化学教学质量的重要环节。通过实验课教学,学生既可巩固和加深对理论的理解,使理论与实践紧密联系起来,又可学会和掌握有机化学实验的基本操作,对培养其独立工作能力、科学思维方法、严谨科学作风和实事求是的科学态度都有十分有益的,同时,为今后掌握临床实验技术和开展科学研究工作也打下良好基础。为保证有机化学实验安全顺利进行,学生在实验之前,应学习和熟悉下述有机化学实验基本知识。

第一节 有机化学实验室规则

(1) 实验室是实验教学和科学研究的重要基地,与实验无关的人员未经许可不得擅自进入实验室。学生进行实验教学或科研必须遵守实验室各种规章制度。

(2) 实验前必须认真预习实验内容,明确本次实验目的和要求,了解实验原理和内容,理解有关实验操作步骤、实验装置和注意事项,制订出实验计划,写好实验报告,做到心中有数。

(3) 进入实验室必须穿着实验工作服,不得高声喧哗和谈笑,应保持环境安静和秩序良好。不准随意搬弄与实验无关的仪器、设备及器皿等。不准在实验场所吸烟、吃零食。

(4) 实验中严格遵守实验操作规程,服从指导教师指导,确保安全。使用剧毒、易燃、易爆等化学危险品时必须严格按照规定操作,并采取必要的安全防护措施。如遇事故,应保持冷静,立即切断水、电源并及时向老师报告,以便及时处理,防止事故扩大。

(5) 实验时应精力集中,认真操作,仔细观察,积极思考,如实记录实验数据和现象。未经老师同意不得任意改变药品用量和实验内容,不准擅自离开操作岗位或干扰他人实验。

(6) 爱护实验室的一切公物,保持实验室整洁。公用仪器、药品、器材应在指定地点使用,或用后及时放回原处。废液及废弃物不得随意倾倒,应倒入指定废物缸或回收瓶。未经老师同意不得将实验室任何物品携带出室外。

(7) 实验完毕,做好实验台面卫生并以实事求是的态度认真分析实验结果,写出实验报告,按时送交老师。严禁抄袭或臆造实验结果。

(8) 损坏仪器,应办补领手续,并按仪器损坏赔偿制度赔偿。

(9) 轮流值日的学生,负责整理公用物品,打扫实验室,倒净废物缸,关闭水电,关好门窗,请老师检查后方可离开实验室。

第二节 有机化学实验安全知识

一、实验事故的预防

(1) 实验室应通风良好, 尽量避免吸入化学品的烟雾和蒸气。处理有毒或有腐蚀性、刺激性物质时, 应在通风橱中进行, 防止有毒气体或刺激性气味在实验室扩散。

(2) 严禁在实验室内饮食、吸烟。切勿将化学品沾在皮肤上, 称量任何化学品都应使用工具, 不得用手直接接触。取用强腐蚀性化学品时应戴橡皮手套和防护眼罩。每次实验完毕后应立即认真洗手。

(3) 操作或处理易挥发、易燃、易爆的溶剂(如乙醚、乙醇、丙酮、苯、汽油等)时应远离火源。用后要将瓶盖盖紧, 放置于阴凉处。需加热时不能直接用明火加热, 而应用回流装置并在适当的热浴中进行。禁止将上述溶剂直接倒入废液缸内, 应按要求倒入指定回收瓶中, 由有关人员专门处理。

(4) 回流或蒸馏液体时应放沸石等助沸物, 并控制适当的加热速度, 以防止溶液暴沸。若加热后发现未加沸石须停止加热, 并待液体稍冷后方可补加沸石。

(5) 常压操作时, 切勿在封闭系统内进行加热或反应。减压操作(减压蒸馏或抽滤)要按规定正确选择和安装仪器, 保证封闭系统畅通。防止任意违规操作, 导致爆炸。

(6) 不能用湿手去使用电器或手握湿物安装插头。实验完毕应首先切断电源, 再拆卸装置。

(7) 实验室数量较大的易燃、易爆物应放在指定的安全区域。剧毒化学品应有专人负责保管, 使用者必须遵守操作规程。有毒废液残渣不得随意倾倒, 应统一回收由专门人员处理。

二、实验事故的处理

(1) 火灾: 不慎失火, 要保持冷静, 不能惊慌失措。应将火源或电源切断, 并迅速移去易燃物品, 用砂或适宜的灭火器材将火扑灭。无论使用哪一种灭火器材, 都应从火的四周向中心扑灭火焰。

(2) 灼伤: 浓酸、浓碱等灼伤时, 立即用大量自来水冲洗, 然后分别按以下方法处理, 伤势严重者应送医院治疗。

①酸灼伤: 水冲洗后用3%~5%碳酸氢钠(或肥皂水、稀氨水)溶液处理, 再用水冲洗后涂上凡士林或其他药物; 酸溅入眼内, 应用大量水冲洗, 再用1%碳酸氢钠溶液洗, 最后用蒸馏水洗。

②碱灼伤: 水冲洗后用1%醋酸或5%硼酸溶液处理, 再用水冲洗后涂上凡士林或其他药物; 碱溅入眼内, 应用大量水冲洗, 再用1%硼酸溶液冲洗, 最后用蒸馏水洗。

③溴烧伤: 应立即用2%硫代硫酸钠溶液洗至伤处呈白色, 或用酒精清洁至无溴液, 然后涂上甘油或烫伤膏。

(3) 烫伤: 轻者可用稀甘油、万花油、蓝油烃等涂抹患处。重者可用蘸有饱和苦味酸溶液(或饱和高锰酸钾溶液)的棉球或纱布敷患处, 必要时到医院处理。切忌用水冲洗。

(4) 创伤: 玻璃、铁屑等刺伤时, 先取出异物, 再用3%过氧化氢溶液或红汞、碘酒

等涂抹,最后用纱布包扎。如遇出血过多或刺入的异物太深,应先止血,并送医院处理。

(5) 中毒:有头晕、恶心等中毒症状,应立即到空气新鲜的地方休息,严重者送医院治疗。有毒物溅入口中,尚未咽下者应立即吐出,再用大量水冲洗口腔;如已吞下者,应根据毒物性质给予解毒剂,并立即送医院。

①腐蚀性毒物:对于强酸,先饮大量水,然后服用氢氧化铝膏、鸡蛋白;对于强碱,也先饮大量水,然后服用醋、酸果汁、鸡蛋白。不论酸或碱中毒都应灌注牛奶,但都不要吃呕吐剂。

②刺激性及神经性毒物:先后服牛奶或鸡蛋白使之立即冲淡和缓解,再用一大勺硫酸镁(约30g)溶于一杯水催吐。或用手指伸入喉部促使呕吐,然后立即送医院。

③气体中毒:将患者移出室外,解开衣领及钮扣。吸入少量氯气或溴者,可用碳酸氢钠溶液漱口。

第三节 有机化学实验常用的仪器和设备

一、常用的玻璃仪器

1. 常用普通玻璃仪器

有机化学实验常用普通玻璃仪器如图1-1所示。



图1-1 有机化学实验常用普通玻璃仪器

2. 常用标准磨口玻璃仪器

有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器如图1-2所示。





图 1-2 有机化学实验常用标准磨口玻璃仪器

3. 常用微型实验玻璃仪器

有机化学实验常用微型实验玻璃仪器如图 1-3 所示。

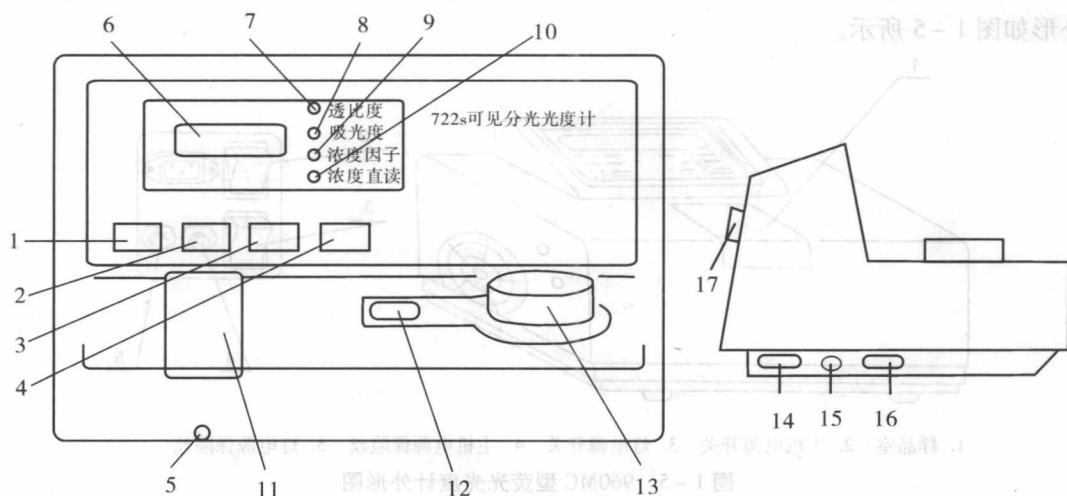


图 1-3 有机化学实验常用微型实验玻璃仪器

二、常用的精密仪器及其使用

1. 722Ss 型分光光度计

722s 型分光光度计是一种简单易用的分光光度计。它采用非球面光源光路, CT 光栅单色器和 4 位 LED 显示, 具有自动调零、自动调 100% T、浓度因子设定及浓度直读功能。它的测定波长范围为 340nm ~ 1 000nm, 被广泛应用于医学卫生、临床检验、生物化学、石油化工和质量控制等领域。仪器外形如图 1-4 所示。



1. 100%T 键 2. 0% 键 3. 功能 键 4. 模式 键 5. 试样架拉杆 6. 显示窗 7. 透光度 8. 吸光度
9. 浓度因子 10. 浓度直读 11. 样品室 12. 波长显示窗 13. 波长调节旋钮 14. 电源插座 15. 保险丝座
16. 总开关 17. 串行接口插座

图 1-4 722s 型分光光度计外形图

仪器操作步骤如下:

(1) 测定波长的调整与预热: 使用仪器上唯一的旋钮, 调整仪器当前测定波长, 具体波长由旋钮左侧的显示窗显示。接通电源, 打开仪器电源开关, 预热 30 min。

(2) 调零: 按 **模式** 键, 置标尺于透光度, 打开样品室盖, 然后按 **0%** 键, 仪器能自动调零。

(3) 100% T 的调整: 将样品和空白溶液放入样品室, 置空白溶液于光路中, 盖上样品室盖按 **100%T** 键, 仪器自动调整 100% T。调整 100% T 时, 仪器自动增益重调可能影响 0%, 因此调整后应检查 0%, 反复调整 100% T 及 0%, 直至稳定。

(4) 样品透光率测定: 将样品置于光路中, 等显示窗数据稳定后, 读取数据。

(5) 样品吸光度的测定: 按 **模式** 键, 置标尺于吸光度, 将样品置于光路中, 等显示窗数据稳定后, 读取数据。

(6) 样品浓度直读功能: 根据上面的方法, 先测出标准溶液的吸光度, 按 **模式** 键, 置标尺于浓度直读, 按 **↑** 或 **↓** 键, 使读数为标准溶液的浓度值, 将样品置于光路中, 读数显示值即为样品浓度。

(7) 仪器使用完毕后, 关闭总开关, 拔下电源插头, 洗净比色皿并放回盒内, 并盖好仪器。

2. 960MC 型荧光光度计

960MC 型荧光光度计属于简易型的荧光分析仪器, 它采用滤光片做单色器。仪器有

254nm、313nm、365nm、405nm、436nm 和 546nm 滤光片各一块，供选择激发波长用。其外形如图 1-5 所示。

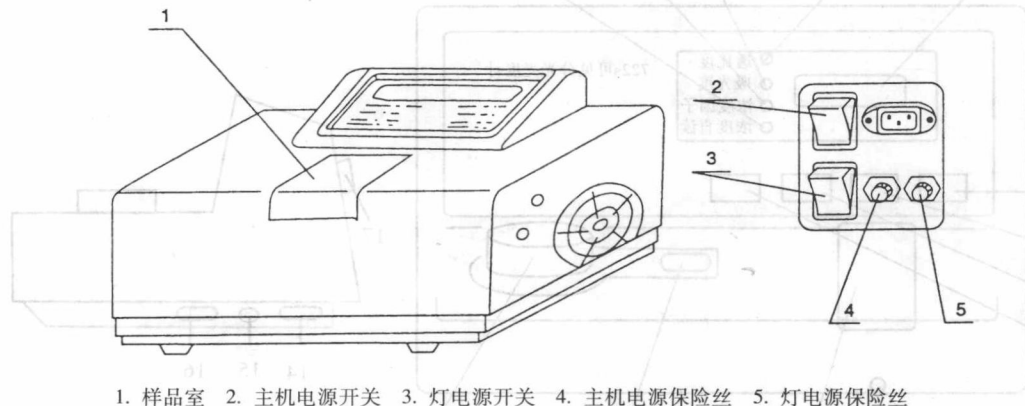


图 1-5 960MC 型荧光光度计外形图

960MC 型荧光光度计的操作界面如图 1-6 所示。

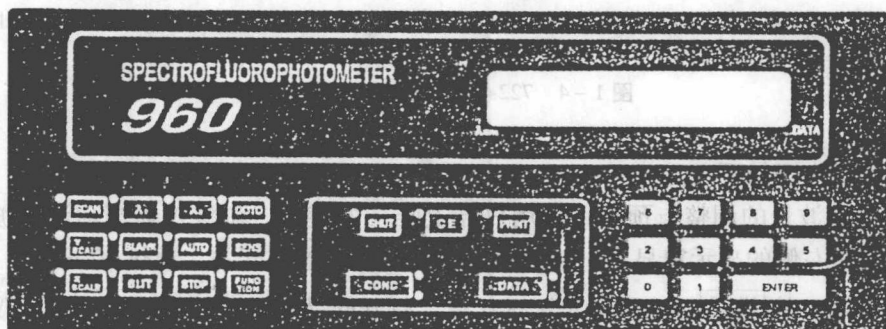


图 1-6 960MC 型荧光光度计的操作界面

仪器主要操作步骤如下：

(1) 开机：打开灯电源开关→打开主机电源开关→打开打印机电源开关，初始化 30 分钟。

(2) 荧光光谱的扫描：

①自动设定样品合适的纵轴值和灵敏度值：

a. 把样品放入样品室。

b. 按 GOTO 键，输入发射波长值。

c. 按 AUTO 键，自动完成纵轴值和灵敏度值的设置。

②开始扫描荧光光谱：

按 FUNCTION 键，指示灯亮→按数字键 9→按 ENTER 键，指示灯暗→按 λ_1 键，指示灯亮→输入起始波长值→ENTER 键，指示灯暗→按 λ_2 键，指示灯亮→输入终止波长值→ENTER 键，指示灯暗→按 SCAN 键，指示灯亮→开始自动扫描（扫描图由打印机输出）。

(3) 定波长测定样品的荧光强度：

①自动设定样品合适的纵轴值和灵敏度值（同上）。

②开始定波长测定样品的荧光强度：按 GOTO 键，指示灯亮→输入波长值→ENTER 键，指示灯暗→按 SHUT 键，指示灯亮→放入样品，关样品室门→显示荧光强度值。

(4) 关机：关打印机电源开关→关主机电源开关→关灯电源开关。

3. UV 8500 型紫外 - 可见分光光度计

UV 8500 型紫外 - 可见分光光度计是一种新型的双光束紫外 - 可见分光光度计。能进行波长扫描定性分析，多阶导数测量，单、双、三波长定量分析；多波长测定；曲线的组合及运算，图谱多阶微分平滑、图谱缩放；峰值标定、筛选及搜索；回归曲线多阶拟合等。仪器配有微机处理系统，操作界面上设有快速按钮，故操作方法简单，只需按照电脑提示操作，即可快速测出结果。

仪器主要操作步骤如下：

(1) 开机：先启动电脑，然后打开 8500 型紫外分光光度计电源。

(2) 启动 UV - Vis 分析家程序。

(3) 波长扫描的操作程序：

①选波长扫描，点 OK 按钮。

②在扫描设置中，可选择扫描波长范围及扫描间距。

③按自动校零按钮。

④放入参比和样品溶液。

⑤按开始扫描按钮。

(4) 定点测量的操作程序：

①选择定点测量，点 OK 按钮。

②在测量方法栏中输入波长数值。

③在样品测量栏中，选择样品名称。

④放入参比和样品溶液。

⑤按启动按钮，进行读数。

(5) 关机：先关 8500 型紫外分光光度计，然后再关电脑。

三、常用的设备

1. 烘箱

带有自动控温系统的电热鼓风干燥箱是实验室常用设备，常用来干燥玻璃仪器或干燥无腐蚀、无挥发性、加热不分解的物品。一般使用温度为 $50^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ，通常使用的温度应控制在 $100^{\circ}\text{C} \sim 120^{\circ}\text{C}$ 。

2. 电热套

用玻璃和石棉纤维丝包裹着电热丝制成的电热加热器。其属于热气流加热，不是用明火加热，因而具有受热均匀，热效率高，不易引起火灾的特点，且加热温度可用调压变压器调控，是加热有机化学试剂的常用设备，主要用做回流等加热的热源。

3. 磁力搅拌器

通过电机带动磁体旋转，旋转的磁体又带动容器内磁子旋转而达到搅拌目的的设备。一般具有控温和加热装置。

4. 循环水多用真空泵

以循环水作为流体，利用射流产生负压的原理设计的一种减压设备。用于对真空度要求不是非常高的减压体系中，在减压蒸发、蒸馏及过滤等操作中广泛使用。

（王 国 兴 谢 惠 定 李 映 苓）

（王 国 兴 谢 惠 定 李 映 苓）

（1）

（2）

（3）

（4）

（5）

（6）

（7）

（8）

（9）

（10）

（11）

（12）

（13）

（14）

（15）

三、常用仪器的使用

1. 干燥器

干燥器用于干燥固体物质，常用干燥剂有硅胶、无水氯化钙、五氧化二磷、浓硫酸等。干燥器应密封良好，防止湿气进入。干燥过程中应定期检查干燥剂的状态，并及时更换。

2. 电热套

电热套用于加热液体或固体物质，具有加热均匀、温度可控等优点。使用时应根据被加热物质的性质选择合适的电热套，并注意控制加热温度，防止过热或燃烧。

3. 磁力搅拌器

磁力搅拌器用于搅拌液体或固体物质，使反应物充分混合。使用时应根据反应体系的体积和性质选择合适的磁力搅拌子，并注意控制搅拌速度，防止飞溅或损坏容器。

第二章 有机化学实验基本操作

第一节 有机化合物物理常数的测定

一、熔点测定和温度计校正

熔点是固体物质重要的物理常数，是指物质在大气压力下固态与液态处于平衡时的温度。固体物质熔点的测定通常是将物质加热到一定温度，物质开始由固态转变为液态，测定此时的温度就是该物质的熔点。

1. 熔点测定的原理

根据熔点的定义，只要准确测定出物质在一定大气压下固-液平衡时的温度就是该物质的熔点。对于纯净的固体有机物，一般都有固定的熔点，即熔程或熔距（指初熔至全熔的温度间隔）一般不超过 $0.5^{\circ}\text{C} \sim 1^{\circ}\text{C}$ ；若物质不纯时，熔点就会下降 [拉乌尔 (Raoult) 定律]，且熔点范围就会扩大。可利用这一性质来判断物质的纯度和鉴别未知化合物。例如，在实验中测得一未知化合物熔点与某一已知化合物的熔点相同或者相近时，将二者等量混合后测定其熔点。若熔点没有变化，且熔点范围不超过 1°C 时，一般可以认为二者是同一物质；如果熔点发生变化，熔点范围扩大，则可判定它们不是同一物质或不纯。这种鉴定方法叫做混合熔点法。熔点的测定可用来鉴别有机化合物或推断它的纯度，对有机化合物的研究有很大的实用价值。

2. 熔点测定方法

熔点测定方法一般分为毛细管测定法和显微熔点仪测定法。毛细管熔点测定法最简便，应用较广泛；显微熔点仪测定法较为准确，适用于高熔点物质的测定。

(1) 毛细管熔点测定法——Thiele (提勒) 管法：在有机化学实验中，毛细管熔点测定法是一个很好的方法，但并不是最精确的方法，因为测得的数值常常略高于真实熔点。在实际操作中，由此方法测得的不是一个温度点，而是熔化范围值（称为熔程或熔距）。影响测定结果的因素有：加热速度、毛细管管壁厚薄、直径大小、样品颗粒粗细及样品装填是否紧密，最重要的是温度计的准确程度。尽管如此，但它的精度已可满足一般要求。其最大的优点是样品用量少，操作方便，装置简单。

① 毛细管的制备：毛细管的外径一般为 $1 \sim 2\text{mm}$ ，长约 $70 \sim 75\text{mm}$ （也可用市售毛细管）。将其一端在酒精灯火焰上进行封闭，封闭后检查其密闭性。

② 样品的装填：把 $0.1 \sim 0.2\text{g}$ 已干燥并研成粉末的样品放在表面皿上聚成一堆，将毛细管（熔点管）开口一端垂直插入试样堆，使样品进入管内，然后将毛细管开口向上放入长约 $40 \sim 50\text{cm}$ 垂直于桌面的玻璃管中，使其自然下落，如此重复几次把样品装填均

匀、紧密，装填好的样品高度为 2 ~ 3mm。一个试样最好同时装三根毛细管，平行测定三次。

③ 导热液：导热液的选择应以所测样品的熔点为准，导热液的沸点应高于所测样品的熔点。常用的导热液有：水（测定熔点在 100℃ 以下的化合物）、液体石蜡油（可用于测定熔点在 200℃ 以下，最好在 170℃ 以下的化合物）、浓硫酸（测定熔点在 200℃ ~ 300℃ 之间的化合物）、有机硅油（可用于测定熔点在 300℃ 以上的化合物，不同标号的有机硅油沸点不同）等。

④ 仪器装置：提勒管法测定熔点最常用的仪器是提勒管（又称 *b* 形管），有时也用双浴式测定熔点，见图 2-1 (b)。将其固定在铁架台上，倒入导热液，使液面在提勒管的叉管处（略低于叉管口上沿），温度计插入开槽塞，毛细管用橡皮圈套在温度计上（注意橡皮圈不能浸在导热液中），毛细管中试样与温度计水银球中部紧贴，按图 2-1 (a) 安装，使水银球与提勒管叉管上、下端中部平齐。

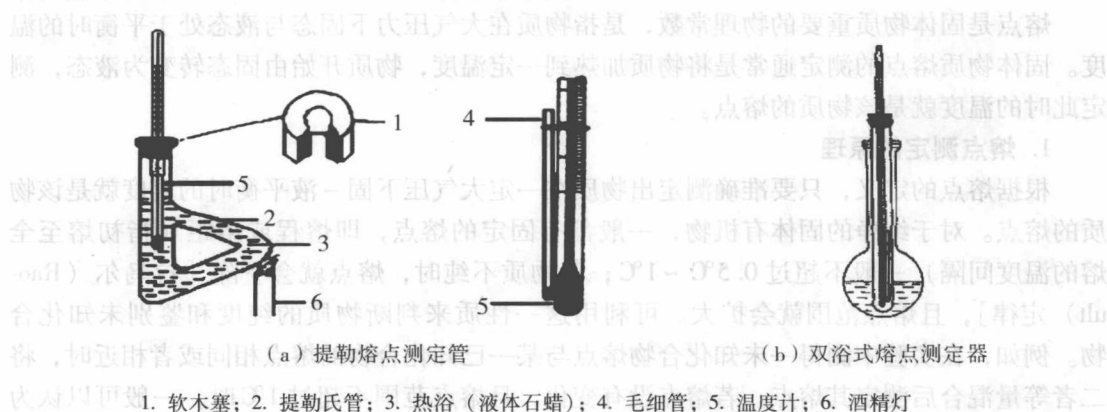


图 2-1 测熔点的装置

⑤ 熔点测定：按图加热提勒管下端，记录下熔点管中样品开始塌陷或有小液滴（亮点）出现时的温度，为样品初熔温度 $T_{\text{初熔}}$ ，继续加热至所有固体样品消失成为透明液体时，此温度为样品全熔温度 $T_{\text{全熔}}$ 。样品的熔点应记录为：熔程 $T_{\text{初熔}} \sim T_{\text{全熔}}$ 。每份样品至少平行测定二次，求其平均值（分别计算初熔和全熔的平均值）。

(2) 熔点仪使用方法：① 显微熔点测定仪：图 2-2 为 X-型显微熔点仪。其优点为：*a.* 样品量少（微量样品）；*b.* 测定范围广（可测高熔点的样品）；*c.* 可细致观察样品在加热过程中的变化情况；*d.* 可调升温，快而准确。缺点为：升温慢，该仪器一般实验室不配备，不熟练人员操作测定误差较大。

显微熔点测定仪有两种：反射式和透射式。反射式光源在侧面，如果显微镜上没有光源的话，可以在边上放一盏台灯，使用时打开台灯直接照射热台，目前的显微熔点测定仪多是这种结构。透射式光源在热台的下面，热台上有个孔，光线从孔中透上来，这种结构因为热台中心有孔，热电偶不能测量热台中心的温度，因此有时温度测得不准。透射式的视野较好，而反射式的有时视野较暗，但温度测定准确，制造也较简单。