



高职高专项目导向系列教材

有机产品检验技术

★ 司 颐 主编
★ 范福才 主审

YOUJI
CHANPIN JIANYAN JISHU



化学工业出版社

高职高专项目导向系列教材

有机产品检验技术

司 颐 主编

范福才 主审



化学工业出版社

· 北 京 ·

本书是基于工作过程项目课程的教材,将有机分析、有机化学知识、技能及有机产品检验岗位工作任务必须具备的关键能力整合为一体,按照岗位对分析检验人员的知识、能力、素质要求,选择了典型工作任务,通过完成任务的过程,创设真实工作情境,渗透必备知识。分析方法采用最新的国家标准。本书包括十个学习情境,物性检验、航空煤油碘值测定、工业季戊四醇检验、防冻液用乙二醇的检验、工业硬脂酸检验、糖类检验、医药中间体乙酰苯胺检验、防腐剂苯甲酸和山梨酸分离与检验、乙酸异戊酯合成与检验。涵盖有机产品物性检验、有机官能团的定量分析、有机产品分离技术等内容。

本书为高职院校工业分析与检验专业教学用书,也可供从事有机分析检验工作的相关技术人员参考。

图书在版编目(CIP)数据

有机产品检验技术/司颐主编. —北京:化学工业出版社, 2012. 7
高职高专项目导向系列教材
ISBN 978-7-122-14349-5

I. 有… II. 司… III. 有机化工-化工产品-检验-高等职业教育-教材 IV. TQ207

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2012) 第 103534 号

责任编辑:张双进 陈有华
责任校对:周梦华

文字编辑:孙凤英
装帧设计:刘丽华

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8½ 字数190千字 2012年9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:25.00 元

版权所有 违者必究

编委会

主 任 徐继春

副主任 李晓东

秘书长 郝万新

委 员 徐继春 李晓东 郝万新 齐向阳

高金文 武海滨 刘玉梅 赵连俊

秘 书 李 想

序

辽宁石化职业技术学院是于 2002 年经辽宁省政府审批，辽宁省教育厅与中国石油锦州石化公司联合创办的与石化产业紧密对接的独立高职院校，2010 年被确定为首批“国家骨干高职立项建设学校”。多年来，学院深入探索教育教学改革，不断创新人才培养模式。

2007 年，以于雷教授《高等职业教育工学结合人才培养模式理论与实践》报告为引领，学院正式启动工学结合教学改革，评选出 10 名工学结合教学改革能手，奠定了项目化教材建设的人才基础。

2008 年，制定 7 个专业工学结合人才培养方案，确立 21 门工学结合改革课程，建设 13 门特色校本教材，完成了项目化教材建设的初步探索。

2009 年，伴随辽宁省示范校建设，依托校企合作体制机制优势，多元化投资建成特色产学研实训基地，提供了项目化教材内容实施的环境保障。

2010 年，以戴士弘教授《高职课程的能力本位项目化改造》报告为切入点，广大教师进一步解放思想、更新观念，全面进行项目化课程改造，确立了项目化教材建设的指导思想。

2011 年，围绕国家骨干校建设，学院聘请李学锋教授对教师系统培训“基于工作过程系统化的高职课程开发理论”，校企专家共同构建工学结合课程体系，骨干校各重点建设专业分别形成了符合各自实际、突出各自特色的人才培养模式，并全面开展专业核心课程和带动课程的项目导向教材建设工作。

学院整体规划建设的项目导向系列教材”包括骨干校 5 个重点建设专业（石油化工生产技术、炼油技术、化工设备维修技术、生产过程自动化技术、工业分析与检验）的专业标准与课程标准，以及 52 门课程的项目导向教材。该系列教材体现了当前高等职业教育先进的教育理念，具体体现在以下几点：

在整体设计上，摒弃了学科本位的学术理论中心设计，采用了社会本位的岗位工作任务流程中心设计，保证了教材的职业性；

在内容编排上，以对行业、企业、岗位的调研为基础，以对职业岗位群的责任、任务、工作流程分析为依据，以实际操作的工作任务为载体组织内容，增加了社会需要的新工艺、新技术、新规范、新理念，保证了教材的实用性；

在教学实施上，以学生的能力发展为本位，以实训条件和网络课程资源为手段，融教、学、做为一体，实现了基础理论、职业素质、操作能力同步，保证了教材的有效性；

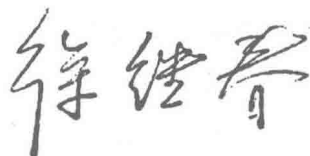
在课堂评价上，着重过程性评价，弱化终结性评价，把评价作为提升再学习效能的反馈

工具，保证了教材的科学性。

目前，该系列校本教材经过校内应用已收到了满意的教学效果，并已应用到企业员工培训工作中，受到了企业工程技术人员的高度评价，希望能够正式出版。根据他们的建议及实际使用效果，学院组织任课教师、企业专家和出版社编辑，对教材内容和形式再次进行了论证、修改和完善，予以整体立项出版，既是对我院几年来教育教学改革成果的一次总结，也希望能够对兄弟院校的教学改革和行业企业的员工培训有所助益。

感谢长期以来关心和支持我院教育教学改革的各位专家与同仁，感谢全体教职员工的辛勤工作，感谢化学工业出版社的大力支持。欢迎大家对我们的教学改革和本次出版的系列教材提出宝贵意见，以便持续改进。

辽宁石化职业技术学院 院长

A stylized handwritten signature in black ink, consisting of three characters: '徐', '景', and '春'.

2012 年春于锦州

前言

有机产品检验技术是高职高专工业分析与检验专业一门重要的专业课。本教材以工业分析与检验专业人才培养方案为核心,结合化学检验工国家职业标准,以实现职业核心能力培养为目标,按照“工作过程、逆向分解、整合重构、循环提升”设计课程,将有机分析、有机化学知识、技能及有机产品检验岗位工作任务必须具备的关键能力整合为一体,构建了“任务引领,行动导向”课程体系,重构教学内容。

按照工业企业的职业岗位(群)的任职要求,以工业企业目前使用及国家标准推广的分析方法为依据,选择典型工作任务,设计十个情境,包括物性检验、航空煤油碘值测定、工业季戊四醇检验、防冻液用乙二醇的检验、工业硬脂酸检验、糖类检验、医药中间体乙酰苯胺检验、防腐剂苯甲酸和山梨酸分离与检验、乙酸异戊酯合成与检验。涵盖有机产品物性检验、有机官能团的定量分析、有机产品分离技术等内容,主要介绍测定方法、测定原理、测定步骤、测定结果、技术关键等。原理浅显易懂,测定步骤简练易做,问题阐述明了,符合学生的认知规律和工业分析岗位对学生知识、能力、素质的要求。是一本专门为高职院校学生量身定做的工业分析与检验专业的项目课程教材。

本教材由辽宁石化职业技术学院司颐担任主编,锦州市环境监测中心站王寅高级工程师指导并参与编写,辽宁石化职业技术学院范福才、赵连俊负责主审。

由于编者水平有限,难免有不妥之处,敬请批评指正,提出宝贵建议,在此表示感谢。

编者

2012年1月

目录

◆ 学习情境一	有机产品物性检验	1
任务一	熔点测定	1
【任务描述】		1
【知识链接】		4
【能力测评】		7
任务二	沸点测定	8
【任务描述】		8
【知识链接】		12
【能力测评】		15
拓展任务	沸程测定	15
【知识链接】		18
任务三	密度测定	23
【任务描述】		23
子任务一	密度瓶法测定密度	24
子任务二	韦氏天平法测定密度	25
【知识链接】		27
【能力测评】		32
任务四	折射率测定	32
【任务描述】		32
【知识链接】		35
【能力测评】		38
任务五	比旋光度测定	39
【任务描述】		39
【知识链接】		41
【能力测评】		45
◆ 学习情境二	碘值测定	46
【任务描述】		46
任务一	航空煤油碘值测定——碘-乙醇法	46
拓展任务	动植物油脂碘值测定——韦氏法	48
【知识链接】		49
【能力测评】		51
◆ 学习情境三	工业用季戊四醇的检验	53
【任务描述】		53
任务一	季戊四醇含量测定——乙酸酐-乙酸钠-乙酰化法	53
任务二	灰分的测定	54
任务三	季戊四醇熔点的测定	56
任务四	加热减量的测定	56
【知识链接】		57
【能力测评】		59
◆ 学习情境四	防冻液用乙二醇的检验	60
【任务描述】		60
任务一	乙二醇含量测定——高碘酸氧化法	60
任务二	酸度测定	61
任务三	物性检验	62
【知识链接】		62
【能力测评】		63
◆ 学习情境五	甲醛检验	64
【任务描述】		65
任务一	甲醛含量测定——亚硫酸钠法	65

任务二 水质甲醛的测定——乙酰丙酮分光光度法	66	化法	69
【知识链接】	67	【知识链接】	70
拓展任务 丙酮含量测定——盐酸羟胺肟化法		【能力测评】	71

学习情境六 工业用硬脂酸的检验 **73**

【任务描述】	73	【知识链接】	76
任务一 工业硬脂酸酸值测定——碱滴定法	73	【能力测评】	78
任务二 工业硬脂酸皂化值的测定——皂化回滴法	74	拓展任务 乙酸乙酯含量测定——气相色谱法	78
任务三 工业硬脂酸碘值测定——韦氏法	75	【能力测评】	80

学习情境七 医药中间体乙酰苯胺检验 **81**

【任务描述】	81	【知识链接】	84
任务一 乙酰苯胺含量测定——重氮化法	81	【能力测评】	85
任务二 苯胺测定	84		

学习情境八 糖类检验 **87**

【任务描述】	88	【任务描述】	92
任务一 果汁饮品还原糖的测定——费林溶液直接滴定法	88	任务三 淀粉的测定——旋光法	93
【知识链接】	90	【知识链接】	94
任务二 蜂蜜中蔗糖的测定——还原糖法	92	【能力测评】	95

学习情境九 苯甲酸钠和山梨酸钾测定 **97**

【任务描述】	97	【知识链接】	100
任务 苯甲酸钠和山梨酸钾含量的测定——色层分析法	97	【能力测评】	105

学习情境十 乙酸异戊酯合成与检验 **106**

【任务描述】	106	【知识链接】	109
任务一 乙酸异戊酯合成	106	【能力测评】	114
任务二 乙酸异戊酯产品检验	108		

附录 **115**

附录一 常用有机产品物理常数	115	附录二 有机产品检验常用指示剂	117
----------------------	-----	-----------------------	-----

参考文献 **119**

学习情境一

有机产品物性检验

【情境导入】 物理常数是有机化合物的特性常数，一定程度上反映了分子结构的特性，杂质的存在必然引起物理常数的改变，因此，通过测定物理常数可以鉴定物质、检验化合物的纯度等。有机化工生产中，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。有机化合物的物理常数主要包括熔点、结晶点、沸点、沸程、密度、闪点、黏度、折射率和比旋光度等。

本学习情境以 5 个任务为引领，行动为导向，重点完成熔点、沸点、沸程、密度、折射率、比旋光度的测定，以任务带动理论知识的学习，在技能训练中强化理论知识。

任务一 熔点测定



【任务描述】

熔点是检验化合物纯度的标志，纯固体有机化合物一般都有固定的熔点，自初熔至全熔（熔点范围称为熔距），温度不超过 1°C 。如该物质含有杂质，则其熔点往往较纯品为低，且熔距也较长，根据熔距长短可定性地判断该化合物的纯度。

参照标准 GB/T 617—88《熔点范围测定通用方法》测定苯甲酸熔点。

一、方法概述

1. 主题内容与适用范围

规定了用毛细管法测定有机试剂熔点的通用方法。

适用于结晶或粉末状的有机试剂熔点的测定。

2. 术语及符号

熔点范围：指用毛细管法所测定的从该物质开始熔化至全部熔化时的温度范围。

3. 方法原理

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至高于其终熔时的温度，通过目视观察初熔及终熔的温度，以确定样品的熔点范围。

二、仪器

1. 熔点管

用中性硬质玻璃制成的毛细管，一端熔封，内径 $0.9\sim 1.1\text{mm}$ ，壁厚 $0.10\sim 0.15\text{mm}$ ，长度以安装后上端高于传热液体液面为准（约 100mm ）。

2. 温度计

测量温度计（用于测定熔点范围）：单球内标式，分度值为 0.1°C ，并具有适当的量程。

辅助温度计（用于校正）：分度值为 1°C ，并具有适当的量程。

3. 控制温度加热装置。

4. 圆底烧瓶

容积约为 250mL，球部直径约为 80mm，颈长 20~30mm，口径约为 30mm，试管长为 100~110mm，其直径为 20mm，胶塞外侧应具有出气槽。

装置见图 1-1。

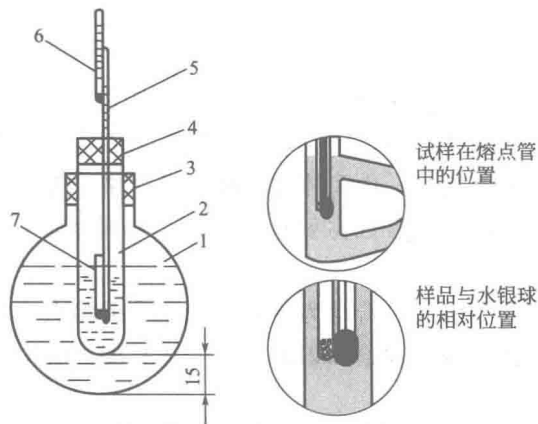


图 1-1 双浴式热浴

1—圆底烧瓶；2—试管；3，4—胶塞；5—测量温度计；6—辅助温度计；7—熔点管

三、试剂

1. 传热液体

应选用沸点高于被测物终熔温度，而且性能稳定、清澈透明、黏度较小的液体作为传热液体。终熔温度在 100°C 以下的可采用水或液体石蜡；终熔温度在 300°C 以下的可采用硅油。

2. 苯甲酸。

四、操作步骤

1. 装样

将样品研成尽可能细密的粉末，装入清洁、干燥的熔点管中，取一长约 800mm 的干燥

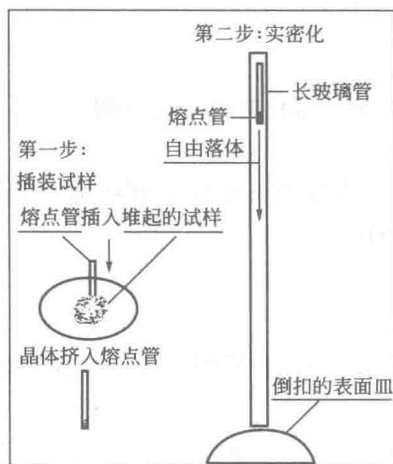


图 1-2 装样方法

玻璃管，直立于玻璃板上，将装有试样的熔点管在其中投落数次（5 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。见图 1-2。

2. 测定

先将传热液体的温度缓缓升至比样品规格所规定的熔点范围的初熔温度低 10°C ，此时，将装有样品的熔点管附着于测量温度计上，使熔点管样品端与水银球的中部处于同一水平，测量温度计水银球应位于传热液体的中部，使升温速率稳定保持在 $(1.0 \pm 0.1)^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。如所测的是易分解或易脱水样品，则升温速率应保持在 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。

3. 观察记录

当样品出现明显的局部液化现象时的温度即为初熔温度。当样品完全熔化时的温度即为终熔温度。记录初熔温度及终熔温度。

五、结果的表示

如测定中使用的是全浸式温度计，则应对所测得的熔点范围值进行校正，校正值按下式计算：

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

式中 Δt ——校正值，℃；

h ——温度计露出液面或胶塞部分的水银柱高度，以温度值为单位计量，℃；

t_1 ——测量温度计读数，℃；

t_2 ——露出液面或胶塞部分的水银柱的平均温度，℃，该温度由辅助温度计测得，其水银球位于露出液面或胶塞部分的水银柱中部。

允许差：两次测定平行结果之差，熔点在 200℃ 以下，不应超过 0.2℃，熔点在 200℃ 以上，不应超过 0.3℃，取其平均值作为测定结果。

六、数据记录表格

项目	I		II	
	初熔温度	终熔温度	初熔温度	终熔温度
观测值				
h				
t_2				
Δt				
t_1				
熔点范围				
熔距				
t				
$t_{\text{平均}}$				

七、技术关键

① 加热升温速度是本实验的关键，当接近熔点时升温速度一定要慢，应小于 1~2℃/min；密切观察加热和熔化情况，及时记录温度变化。

② 每次测定都必须用新的毛细管另装试样，不能重复使用。因为有些某些化合物熔化时，会产生部分分解或结晶，状态发生变化而使熔点改变。

③ 测定工作结束，载热体冷却后方可倒回瓶中。温度计也要冷却后，用纸擦去载热体后方可用水冲洗，否则温度计极易炸裂。

八、考核评价

项目	序号	考核内容	分值	得分
测定准备	1	仪器选择正确(测量温度计、辅助温度计量程和分度值)	5	
	2	载热体选择正确	5	
仪器安装	3	从下到上的顺序	5	
	4	测量温度计和辅助温度计位置、毛细管位置	5	
测定步骤	5	装样正确,填实高度 2~3mm	5	
	6	升温速度	5	
	7	熔点观测正确	5	
	8	校正计算	5	

续表

项目	序号	考核内容	分值	得分
仪器拆卸	9	按与安装相反的顺序拆卸	5	
团队协作	10	分工明确,各尽其职	3	
	11	仪器清点完好,台面整洁	2	
考核结果				

【知识链接】

一、熔点

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,从液态转变成固态的过程叫凝固。在标准大气压下,物质的固态与液态平衡时的温度称为该物质的熔点。

物质最初熔化时的温度称为“初熔点”,物质完全熔化时的温度称为“终熔点”。物质开始熔化至全部熔化时的温度范围,叫做熔点范围或熔距。

熔点与物质纯度关系:纯净的固体有机物具有一定的熔点,熔距不超过 1°C ,当有杂质时熔点下降,熔距加宽。所以熔点是检验固体有机化合物纯度的重要标志。

鉴定某已知化合物时,如果能取得该化合物的标准品作比较,则熔点可作为鉴定该化合物的证据。如果试样的熔点与标准样品熔点相近,但熔距较宽,说明试样不纯,含杂质较多。

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。还需把它们混合,测该混合物的熔点,若熔点仍不变,才能认为它们为同一物质。若混合物熔点降低,熔距增大,则说明它们属于不同的物质。混合熔点试验,是检验两种熔点相同或相近的有机物是否为同一物质的最简便方法。

二、熔点测定方法

熔点测定方法:毛细管法和显微熔点测定法。

毛细管法(最常用方法):双浴式热浴(GB 617—88)见图 1-1,提勒管热浴见图 1-3。

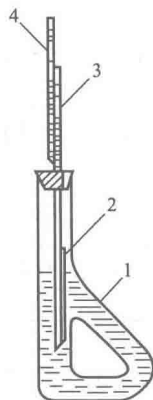


图 1-3 提勒管热浴

1—提勒管(b形管); 2—毛细管;

3—温度计; 4—辅助温度计

熔点测定方法

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,是目前国家标准和一般实验室测定熔点的装置。

提勒管热浴: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够保持相当均匀的温度分布。

载热体选择：选用载热体的沸点高于试样全熔温度，且性能稳定，透明清澈，表 1-1 列出几种常用的载热体。

表 1-1 常用载热体

载热体	使用温度范围/℃	载热体	使用温度范围/℃
浓硫酸	<220	液体石蜡	<230
磷酸	<300	固体石蜡	270~280
7 份浓硫酸和 3 份硫酸钾混合	220~320	有机硅油	<350
6 份浓硫酸和 4 份硫酸钾混合	<365	熔融氯化锌	360~600
甘油	<230	水	<100

有机硅油是无色透明、热稳定性较好的液体。具有比相同黏度液体石蜡的闪点高、不易着火以及在相当宽的温度范围内黏度变化不大等优点，所以，目前被广泛使用。

三、熔点测定的影响因素

测定熔点是有机定性分析中一项极重要的操作，熔点测定不准会导致错误的结论，测定时必须严格遵守规定的条件，注意下列因素的影响。

1. 杂质

试样中混入杂质（水分、灰尘或其他物质）时，熔点降低、熔距增大。因此，测定熔点前试样一定要干燥，并防止混入杂质。

2. 毛细管

毛细管内壁应洁净、干燥，否则熔点偏低。底部要熔封，但不宜太厚。粗细要均匀，内径约为 1mm，过细装样困难，过粗使试样受热不均匀。

3. 试样的填装

试样装入前要尽量研细、装实。装入量切不可过多，否则产生熔距增大或结果偏高的误差。试样一定要装紧，疏松会使测得值偏低。一般要求毛细管中试样振实至 2~3mm 高。测定易分解、易脱水、易吸潮或升华的试样时，应将毛细管另一端熔封。

4. 升温速度

升温速度快，测定值偏高，不易读数；升温速度慢，精准，但升温速度过慢，试样分解，熔点偏低。

载热体升温过快，来不及传到毛细管内的试样，即试样未达到载热体的温度时，温度计已经显示出了载热体的温度，所以，测得值偏高；升温速度越慢，温度计读数越精确。但对于易分解和易脱水的试样，升温速度太慢，加热时间太长，会使熔点偏低。

升温速度应均匀上升，不准反复升降。加热到距熔点 10℃ 时放入样品毛细管，以防止试样长时间受热而分解、变质。所以，生产上对所测试样的升温速度都有具体规定，应严格遵守。

5. 熔化现象的观察

试样出现明显的局部液化现象时的温度为初熔温度，试样刚好全部熔化时的温度为终熔温度。这两个温度之间的间隔称为熔距。某些试样在熔化前出现收缩、软化、出汗（在毛细管壁出现细微液滴）或发毛（试样受热后膨胀发松，表面不平整）等现象，均不作为初熔的判断，否则测得值偏低。受热过程中，试样收缩、软化、出汗、发毛阶段过长，说明试样质量较差。

6. 平行测定

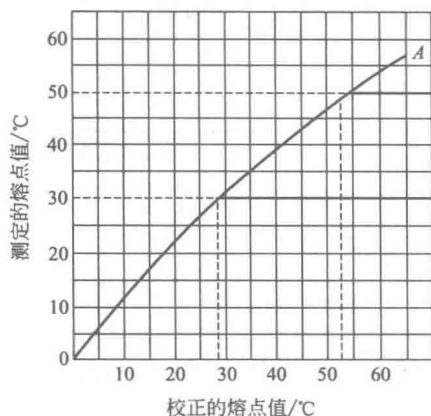


图 1-4 温度计校正曲线

升高 2~3℃，每隔 5℃分别记下两个温度计的读数，将观察到的数值与校正值(±)做出校正曲线进行校正。

② 通过测定纯化合物的熔点校正。如果没有标准温度计，可通过测定纯化合物的熔点来进行校正，常用于温度计校正的化合物见表 1-2。选择数种已知熔点的纯化合物为标准，测定它们的熔点，以观察到的熔点为纵坐标，测得熔点与已知熔点差值为横坐标，画成曲线，即可从曲线上读出任一温度的校正值。温度计校正曲线见图 1-4，一般要求 150℃以下，校正值<0.5℃；150℃以上，校正值<1℃；而且每年至少校正一次。

表 1-2 常用于温度计校正的化合物

化合物	熔点/℃	化合物	熔点/℃
水-冰	1	脲	132.8
环己醇	25.45	水杨酸	158.3
薄荷醇	42.5	琥珀酸	182.8
二苯酮	48.1	蒽	216.18
对硝基甲苯	51.65	邻苯二甲酰亚胺	233.5
萘	80.25	对硝基苯甲酸	241.0
乙酰苯胺	114.2	酚酞	265.0
苯甲酸	122.36	蒽醌	286.0

(2) 测定值校正

测定熔点时温度计不能全浸在热浴内，一段水银柱外露在空气中，由于受空气冷却的影响，使观测的温度比真实浴温低一些，此校正值可以用下式求出：

$$\text{校正值 } \Delta t = 0.00016(t_1 - t_2)h$$

式中，系数 0.00016 表示玻璃与水银膨胀系数的差值； t_1 是温度计读数； t_2 是没有浸入加热液体中那一段水银柱的平均温度（可用辅助温度计，把辅助温度计水银柱放在熔点浴与主温度计指示温度点 t_1 的中间，再读辅助温度计的指示温度，如此即可近似地测出 t_2 ）； h 表示外露在热浴液面的水银柱高度，以温度值为单位计量。校正后的熔点 $t = t_1 + \Delta t$ 。

四、显微熔点测定法

除利用毛细管法测定熔点外，现在实验室越来越多使用显微熔点测定仪来测定熔点，见图 1-5、图 1-6。

熔点的测定至少要有两次重复的数据，每一次测定都必须用新的熔点管，装新样品。进行第二次测定时，要等浴温冷至其熔点以下约 30℃再进行。

7. 温度计的误差及其校正

所测出的熔点数据是否准确，关键之一在于温度计是否准确，所用棒式玻璃温度计或内标式玻璃温度计，其测量精度为分度值 0.1℃，并具有适当的量程，在使用前必须用标准温度计进行示值误差的校正。

(1) 温度计的校正

① 用标准温度计校正。校正温度计可选用一标准温度计校正。将一标准温度计与欲校正的温度计并列放入石蜡浴中，用机械搅拌石蜡浴，控制温度每分钟

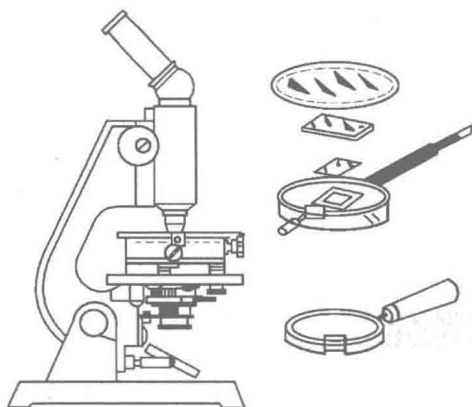


图 1-5 显微熔点测定仪示意图

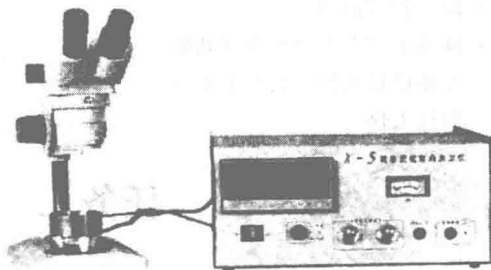


图 1-6 显微熔点测定仪

显微熔点测定仪是一个带有电热载物台的显微镜。利用可变电阻，使电热装置的升温速度可随意调节。将校正的温度计插在侧面的孔内。测定熔点时，通过放大倍数的显微镜来观察。用这种仪器来测定熔点具有下列优点：能直接观察结晶在熔化前与熔化后的一些变化；测定时，只需要几颗晶体就能测定，特别适用于微量分析；能看出晶体的升华、分解、脱水及由一种晶型转化为另一种晶型；能测出最低共熔点等。这种仪器，也适用于“熔融分析”，即对物质加热、熔化、冷却、固化及其与参考试样共熔时所发生的现象进行观察，根据观察结果来鉴定有机物。但仪器较复杂，一般工厂实验室还常用毛细管法测熔点。

能力测评

- 化合物的熔点是指（ ）。
 - 常压下固液两相达到平衡时的温度
 - 任意常压下固液两相达到平衡时的温度
- 测定熔点的方法有（ ）。
 - 毛细管法
 - 熔点仪法
 - 蒸馏法
 - 分馏法
- 下列说法中错误的是（ ）。
 - 熔点是指物质的固态与液态共存时的温度
 - 纯化合物的熔距一般介于 $0.5 \sim 1^{\circ}\text{C}$
 - 测熔点是确定固体化合物纯度的方便、有效的方法
 - 初熔的温度是指固体物质软化时的温度
- 下列说法中正确的是（ ）。
 - 杂质使熔点升高，熔距拉长
 - 用石蜡油做油浴，不能测定熔点在 200°C 以上的熔点
 - 毛细管内有少量水，不必干燥
 - 用过的毛细管可重复测定
- 熔距是指化合物（ ）温度的差。
 - 初熔与终熔
 - 室温与初熔
 - 室温与终熔
 - 文献熔点与实测熔点
- 毛细管法测熔点时，使测定结果偏高的因素是（ ）。
 - 样品装得太紧
 - 加热太快
 - 加热太慢
 - 毛细管靠壁
- 什么是熔距？测定与物质强度有何关系？物质不纯的熔点及熔距有何变化？
- 测熔点时样品为什么要研细、装实？一般熔点管中装多少样品？
- 第一次测熔点时已经熔化的有机化合物是否可再作第二次测定？为什么？

10. 测熔点时, 若有下列情况将产生什么结果?

- (1) 熔点管壁太厚
- (2) 熔点管底部未完全封闭, 尚有一针孔
- (3) 熔点管不洁净
- (4) 样品未完全干燥或含有杂质
- (5) 样品研得不细或装得不紧密
- (6) 加热太快

任务二 沸点测定

【任务描述】

沸点是检验液体有机化合物纯度的标志。纯物质在一定压力下有恒定的沸点, 其沸点范围即沸程一般不超过 $1\sim 2^{\circ}\text{C}$, 不纯的液态有机化合物没有恒定的沸点, 沸程增大。因此, 根据沸点的测定可以间接鉴定有机化合物及其纯度。

参照标准 GB/T 616—2006《化学试剂 沸点范围测定通用方法》测定乙酸乙酯沸点。

一、方法概述

1. 测定范围

规定了液体有机试剂沸点测定通用方法。

适用于受热易分解、氧化的液体有机试剂的沸点测定。

2. 方法原理

当液体温度升高时, 其蒸气压随之增加, 当液体的蒸气压与大气压相等时, 开始沸腾。在标准状况下 (101.325kPa , 0°C) 液体的沸腾温度即为该液体的沸点。

二、仪器

沸点测定装置见图 1-7、图 1-8。

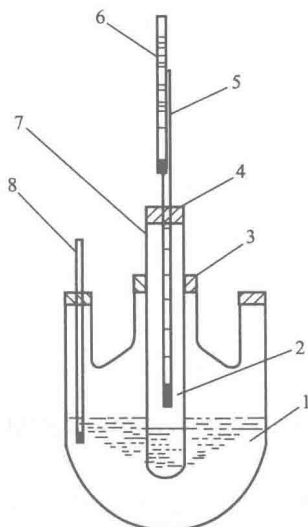


图 1-7 沸点测定装置图

1—三口圆底烧瓶; 2—试管; 3, 4—胶塞; 5—测量温度计;
6—辅助温度计; 7—测孔; 8—温度计

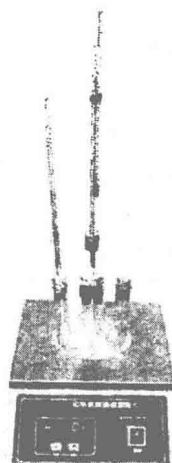


图 1-8 沸点测定仪