

中国科学院教材建设专家委员会规划教材
全国高等院校医学实验教学规划教材

有机化学实验教程

主编 吴运军 冯志君



科学出版社

中国科学院教材建设专家委员会规划教材
全国高等院校医学实验教学规划教材

有机化学实验教程

主 编 吴运军 冯志君

编 者 (按姓氏笔画排序)

王少印 王伟军 冯志君 冯德香

李祥子 吴运军 谷晓霞 汪美芳

陈结霞 夏小庆 凌云云 尉 艳

科 学 出 版 社

北 京

内 容 简 介

本教程充分考虑医药院校有机化学实验教学的特点,内容上力求突出“医”、“药”学特色,注重基础性、实用性和可操作性,强化综合性。为了便于实验教学,全书按照有机化学实验基础知识(第一章)、有机化合物物理常数测定(第二章)、有机化合物的分离与纯化技术(第三章)、有机化合物基础合成实验(第四章)和有机化合物综合设计性实验(第五章)进行编排,从第二章开始选编相应的基本操作练习实验、基础合成实验和综合性实验共十五个。

本教程可作为医学、药学院校实验教材,也可作为综合性大学、师范院校、工科院校化学化工专业工作人员及研究人员的参考书。

图书在版编目(CIP)数据

有机化学实验教程/吴运军,冯志君主编.—北京:科学出版社,2017.1
中国科学院教材建设专家委员会规划教材·全国高等院校医学实验教学规划教材

ISBN 978-7-03-051166-9

I. ①有… II. ①吴… ②冯… III. ①有机化学—化学实验—医学院校—教材
IV. ①O62-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2016)第318215号

责任编辑:王超 胡治国 / 责任校对:郑金红

责任印制:赵博 / 封面设计:陈敬

科学出版社出版

北京东黄城根北街16号

邮政编码:100717

<http://www.sciencep.com>

保定市中画美凯印刷有限公司印刷

科学出版社发行 各地新华书店经销

*

2017年1月第一版 开本:789×1092 1/16

2017年1月第一次印刷 印张:5 1/2

字数:122 000

定价:19.80元

(如有印装质量问题,我社负责调换)

前 言

有机化学实验是有机化学课程的重要组成部分,也是医学、药学及其他医、药相关专业的——门重要基础实验课程,通过对学生的实际操作技能的训练,可以在巩固医学、药学各专业学生有机化学理论知识的同时,提高学生的实际操作能力,掌握有机化学实验的基本方法,为后续相关课程尤其是生物化学、药物化学、天然药化、药剂等课程奠定实验基本操作的基础,并为未来从事医药学研究培养一定的科研能力。

随着高等医学教育的发展,本校基础实验教学条件不断提升,原来医、药学各专业使用的实验讲义已经远远不能满足专业培养目标的要求。因此,在原有实验讲义编写使用的基础上,结合本校各专业培养的需要和实验室设备条件,以及化学教研室多年教学经验,我们重新编写了这本实验教程。本教程遵循实验教学规律,在“理论性与实验性相结合、基础性与先进性相结合、基本技能与学术视野相结合”的原则指导下,由易到难、由基础到综合,通过四个章节、15 个实验涵盖有机实验技术基础知识,有机合成反应基本操作、有机产物分离技术、质量检验方法和技术、物理常数测定和波谱鉴定技术,突出医药学特色,不仅是巩固和加深课堂所学的基础理论知识,更重要的是旨在着力培养学生实验操作能力、综合分析问题和解决问题的能力,使学生在科学方法上、科研兴趣上得到初步训练和培养。全书在保障“质”的基础上,合适把握“量”的要求,在有限的实验课教学课时内,既保证了医学、药学各专业对基本有机实验技术的掌握,又针对药学等相关专业在综合设计性实验内容上有所偏重和提升,以切合普通高等医学院校医药专业实际需求,可供各专业根据教学实际情况合理选择。

本实验教程共包括 15 个实验,每一个实验较为详尽地包含了教学目标、基本原理、实验内容和操作、所需仪器和试剂、注释参考、有针对性设计的思考题等内容,将理论指导内容与相应的具体实验融为一体,方便教学使用和学生预习,指导性强。可供临床医学、预防医学、全科医学、麻醉医学、医学检验技术、药学、药剂、制药、中医等专业有机化学实验课程使用。

本教程由吴运军、冯志君担任主编,所有编者都是长期工作在医学化学教学第一线,有着丰富教学经验的教师。其中第一章由吴运军编写,第二章由李祥子、凌云云编写,第三章由夏小庆、王伟军、冯志君、尉艳编写,第四章由汪美芳、陈结霞、冯德香编写,第五章由冯志君、王少印、谷晓霞编写。尽管编写过程中投入了大量工作,每个实验内容也经细致的预实验,但仍难免有疏漏之处,敬请同行专家和广大读者多提宝贵意见

编 者

2016 年 11 月 20 日

目 录

前言	
第一章 有机化学实验基础知识	1
一、有机化学实验规则	1
二、常见玻璃仪器简介	3
三、有机反应常用装置	5
四、有机反应常用小型仪器设备	6
第二章 有机化合物物理常数测定	8
实验一 有机化合物熔点和沸点的测定	8
一、熔点的测定	8
二、沸点的测定	11
实验二 旋光度和折光率的测定	14
一、旋光度的测定	14
二、折光率的测定	16
第三章 有机化合物的分离与纯化技术	19
实验三 液态有机化合物的分离与纯化	19
一、蒸馏	19
二、分馏	21
三、水蒸气蒸馏	23
四、减压蒸馏	26
实验四 固态有机化合物的分离与纯化	29
一、重结晶	29
二、升华	32
实验五 萃取技术——茶叶中咖啡因的提取及检验	35
实验六 色谱技术	39
一、柱色谱	39
二、纸色谱	42
三、薄层色谱法	44
实验七 电泳技术	47
第四章 有机化合物基础合成实验	51
实验八 乙酸乙酯的制备	51
实验九 阿司匹林(乙酰水杨酸)的制备	54
实验十 甘氨酸的制备及产品精制	57
实验十一 安息香缩合反应	59
第五章 综合设计性实验	61
实验十二 磺胺醋酰钠的合成	61
实验十三 乙酰二茂铁的制备及红外光谱鉴定	63

实验十四 奥沙普秦的制备及结构鉴定·····	66
实验十五 4-甲基-7-羟基香豆素的合成及荧光测定·····	69
参考文献·····	71
附录·····	72
附录1 常用干燥剂的性能及用途·····	72
附录2 常用有机化合物的物理常数·····	73
附录3 常用试剂的纯化与配制·····	74
附录4 一些简单有机分子官能团的红外吸收·····	77
附录5 常用溶剂的沸点、溶解性和毒性·····	78

第一章 有机化学实验基础知识

有机化学是一门实验科学,有机化学实验是有机化学的一个重要组成部分,其教学目的的一方面是配合课堂教学,以验证和巩固理论教学中讲授的基础知识和基础理论;另一方面是训练学生的有机化学实验基本操作技能,使学生学会正确进行有机化合物合成和结构鉴定;更重要的是培养学生在实验室工作过程中真实、科学地记录实验过程和结果,理论联系实际地观察问题、发现问题、分析问题、解决问题的能力,养成科学、严谨的科研工作习惯。在进行有机化学实验教学之前,学生应该了解与有机化学实验相关的一些基础知识。

一、有机化学实验规则

为保证有机化学实验课安全、正常、有效地进行,保证实验课教学质量,学生在进入有机实验室之前,必须认真阅读本章内容,了解进入实验室后应注意的事项及有关规定,听从教师指导,尊重实验室工作人员,遵守下列规则。

(一) 有机化学实验一般规则

(1) 每次实验前认真预习有关实验内容,了解实验流程,撰写实验预习报告,以便节省实验工作时间,提高实验工作效率。

(2) 进入实验室时必须穿工作服。实验前应检查仪器是否完整无损,装置是否正确。若发现问题应及时调换或排除。严格遵守实验室的安全规则和每个具体实验操作中的安全注意事项。若有意外事故发生,应报请教师处理。

(3) 在实验过程中应保持安静和良好秩序,认真操作,仔细观察实验现象,如实做好记录。要切实注意实验室装置和反应进行的情况,如有问题,立即处理。未经教师许可,不得擅自中断实验离开实验室,不准用铅笔、散页纸做记录,以免涂抹、丢失。

(4) 在实验过程中应遵从教师的指导,严格按照实验指导所规定的步骤、试剂的规格和用量进行实验。学生若有新的见解或建议,要改变实验步骤和试剂规格及用量时,须征得教师同意方可进行。

(5) 在实验过程中应注意保持实验台面和地面整洁,公用仪器和药品取用完毕后,应放回原处,并保持原样。若有仪器损坏,需按制度登记、赔偿。污水、污物、残渣、废纸、塞芯和玻璃屑等,应分别放入指定的地方,不要乱抛乱丢,更不能丢入水槽,以免堵塞下水道。

(6) 实验完毕应及时整理实验数据,上交实验报告,经教师允许方可离开实验室。学生轮流值日。值日生应负责整理公用器材,打扫实验室,检查水、电,关好门窗。

(二) 有机化学实验安全规则

(1) 熟悉砂箱、灭火器材等安全用具和急救物品的性能、放置地点和使用方法。安全用具和急救物品应妥为保管,不准挪作他用。

(2) 在操作易燃、易爆的液体或气体(如乙醚、乙醇、丙酮、苯、汽油、石油醚、氢

气、乙炔)时,要远离火源,严禁将易燃溶剂置于广口容器内或直接明火加热。

(3)回流或蒸馏液体时,应事先放入数粒沸石或瓷片,防止暴沸。若加热后发现未放入沸石,不能立即揭开瓶塞补放,应先停止加热,待液体冷却后再进行补放。

(4)蒸馏易燃有机化合物时,装置不能漏气。若发现漏气现象,应立即停止加热,查明原因,妥善处理。若塞子被腐蚀,待冷却后方可换塞。严禁将瓶内物质蒸干。

(5)减压操作时,不得使用平底或薄壁烧瓶,所用瓶塞也不宜过小,否则易被吸入瓶内造成压力突变而发生爆炸。

(6)金属钠、乙炔的金属盐、重氮盐、多硝基物等易燃易爆品不应久置于空气中,不能敲击或重压,残渣不能乱丢,应按其性质妥善处理。

(7)对有毒物品应认真操作,妥为保管,不得乱放。对在实验中产生有毒或腐蚀性气体的反应,应在通风橱内进行,使用后的器皿应及时清洗。

(8)不要俯视正在加热的液体,不要直接嗅容器内气体的气味。避免强酸、强碱、有腐蚀性或有毒试剂接触衣物或皮肤。

(9)使用电器设备时,应严格按照用电规范作业,不得用手或潮湿的物体接触暴露破损的部位。电器发生故障时,不得擅自动手修理,应立即报告教师。实验结束后及时切断电源,拔下电源插头。

(10)实验室发生火灾事故时,切勿惊慌失措,室内全体人员应在教师指导下积极而有序地参加灭火:关闭电源,切断火源,移开易燃易爆物品。根据不同的起火原因,采取不同的灭火措施。有机化合物燃烧时,绝不能用水灭火,否则会引起更大的火灾。无论使用哪种灭火器材,都应从火的四周向中心灭火。

(11)若遇玻璃割伤,应小心除去伤口内的玻璃碎屑,让血流出片刻再用消毒药品洗净伤口,最后搽止血药物后包扎。

(12)若被药品灼伤,应先用大量的水冲洗,然后用适当的药液清洗。若遇酸灼伤,可用5%碳酸氢钠溶液洗涤;碱灼伤可用饱和硼酸溶液或1%乙酸溶液清洗。无论烧伤、灼伤、烫伤、割伤或中毒,在经过简单处理后都应及时去校医院就诊。

(13)实验完毕,要细心洗手。实验室内备有肥皂、洗涤剂等洗涤用品。严禁在实验室内吸烟、喝水和进食。

以上各条,学生在实验前必须仔细阅读。

(三) 实验预习、实验记录和实验报告

有机化学实验课是一门综合性较强的理论联系实践的课程,它是培养学生独立工作能力的重要环节。完成一份正确、完整的实验报告是一个很好的训练过程。实验报告分三部分:实验前预习、实验现场记录和实验课后的实验总结。具体要求如下:

(1)实验前预习包括阅读与实验有关的教材、资料及手册等,明确实验目的和要求,弄清实验原理、方法和操作步骤,并预计可能出现的实验现象和遇到的问题。

(2)实验前预习报告的书写内容包括实验题目、日期、目的要求、实验原理简述、实验步骤描述、相关化学反应方程式、实验仪器装置图,以及记录实验现象、数据、结论等内容的相关表格。

(3)实验现场记录是科学研究的第一手资料,实验记录的好坏直接影响对实验结果的分析,学会做好实验记录是培养学生科学作风及实事求是精神的重要环节。学生在实验进

行过程中应仔细观察、积极思考,实事求是地连续做好实验记录,同时将观察到的现象、测得的数据等录入预习设计的报告表格中,并与操作步骤一一对应。当有与预期不同的现象和问题出现时,需要特别记录。

(4) 做完实验后应及时完成实验报告,内容包括对实验现象或数据的分析与解释(如产率计算、物理常数测试结果等);所得出的实验结果或结论;若出现结果与理论预期不同的情况,要分析原因;在问题讨论中写出实验心得体会、意见和建议,尽可能思考、分析实验的成败关键。通过讨论来总结、提高、巩固实验中学到的理论知识和实验技术。一份完整的实验报告可以充分体现学生对实验的理解深度和综合解决问题的能力。

二、常见玻璃仪器简介

普通漏斗、量筒、抽滤瓶、干燥器等玻璃仪器一般由耐温、耐腐蚀性较差的软质玻璃制成,价格便宜;烧杯、烧瓶、冷凝管等能在温度变化较大情况下使用的玻璃仪器一般由耐温、耐腐蚀性较好的硬质玻璃制成,相应价格较高。

有机化学实验室常用玻璃仪器分为普通玻璃仪器和标准磨口玻璃仪器,两者的形状和用途基本相同,磨口玻璃仪器根据口径大小需要配套使用。

标准磨口玻璃仪器的所有磨口与磨口塞采用国际通用的统一尺寸,磨口口径分为 10、14、19、24、34、40、50 等号。例如,14 号、19 号、24 号指的是磨口的最大端直径分别为 14mm、19mm、24mm。由于口径尺寸标准化,相同规格的接口可依需要进行组装,不同规格的磨口仪器也可借助相应尺寸的大小磨口接头连接成各种配套仪器装置(图 1-1)。常量有机化学实验使用较多的是 19 号标准磨口仪器。

玻璃仪器使用需注意以下事项:

(1) 使用玻璃仪器要轻拿轻放,除试管可直接明火加热外,其他玻璃仪器加热时需用水浴、油浴、电热套等热浴或垫石棉网加热。

(2) 玻璃仪器用后要及时清洗、干燥;具磨口塞的普通玻璃仪器(如分液漏斗)及标准磨口仪器等洗后久置应在活塞与磨口间垫上纸片以防黏结;使用时塞与磨口必须保持清洁,安装时磨口连接处不应受力。

(3) 厚壁玻璃器皿(如抽滤瓶)不能用来加热;薄壁玻璃仪器(如锥形瓶、平底烧瓶)不能在减压条件下使用;广口容器(如烧杯、广口烧瓶)不能存放易燃液体;计量容器(如量筒、量杯)不能高温烘烤,不能代替试管做反应容器。

(4) 温度计不得做搅拌棒使用;不能用来测量超过刻度范围的温度;温度计用后要缓慢冷却,不可立即用冷水冲洗,以防汞柱断线或炸裂。

(5) 冷凝管是用于回流或蒸馏操作中冷凝馏液的仪器,水冷凝管用于冷凝馏液沸点在 140℃ 以下的液体,球形冷凝管和蛇形冷凝管比直形冷凝管冷凝效果好,冷凝馏液沸点在 140℃ 以上时应用空气冷凝管。



图 1-1 常用玻璃仪器

三、有机反应常用装置

常用有机反应装置如图 1-2~图 1-5 所示。

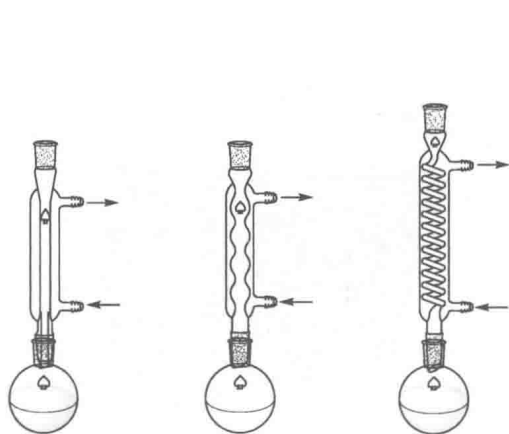


图 1-2 回流装置

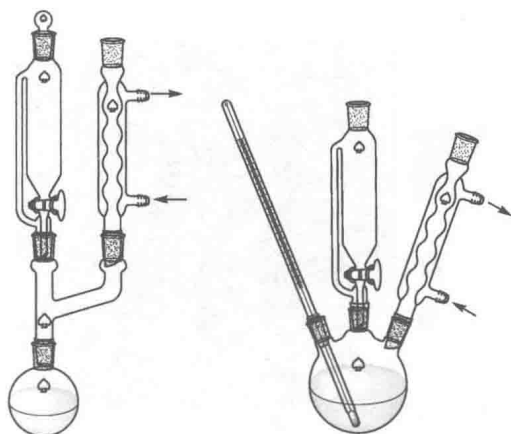


图 1-3 回流滴加装置

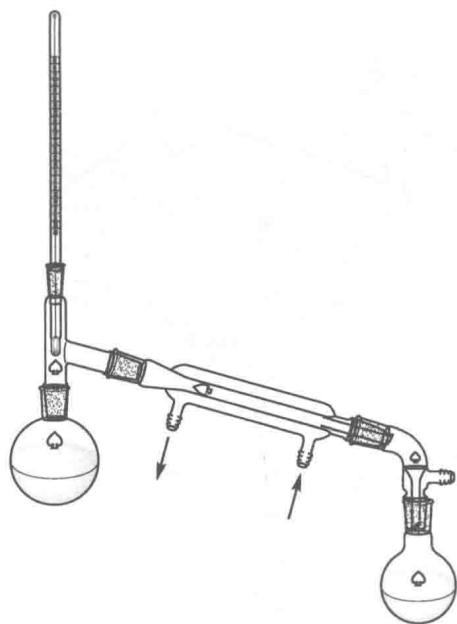


图 1-4 常压蒸馏装置

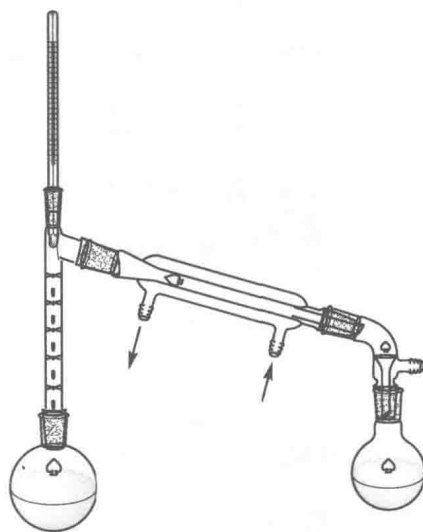


图 1-5 分馏装置

安装仪器时，应选好主要仪器的位置，先下后上，先左后右，逐个将仪器边固定边组装，拆卸的顺序与组装顺序相反。蒸馏装置拆卸前要先停止加热，然后移走加热源，待稍微冷却后，先取下产物，然后再逐个拆掉。

四、有机反应常用小型仪器设备

实验中常用小型仪器设备如图 1-6~图 1-16 所示。

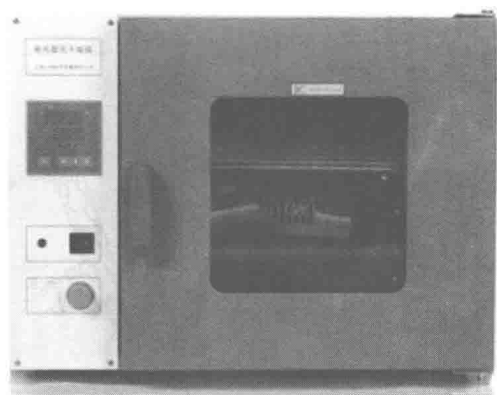


图 1-6 烘箱



图 1-7 循环水真空泵



图 1-8 磁力搅拌器



图 1-9 加热套



图 1-10 旋转蒸发器

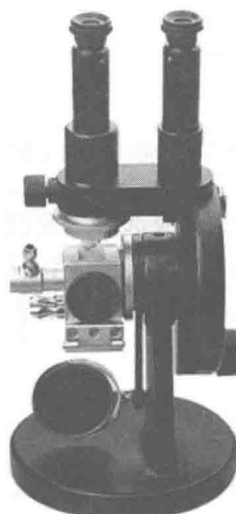


图 1-11 阿贝折光仪

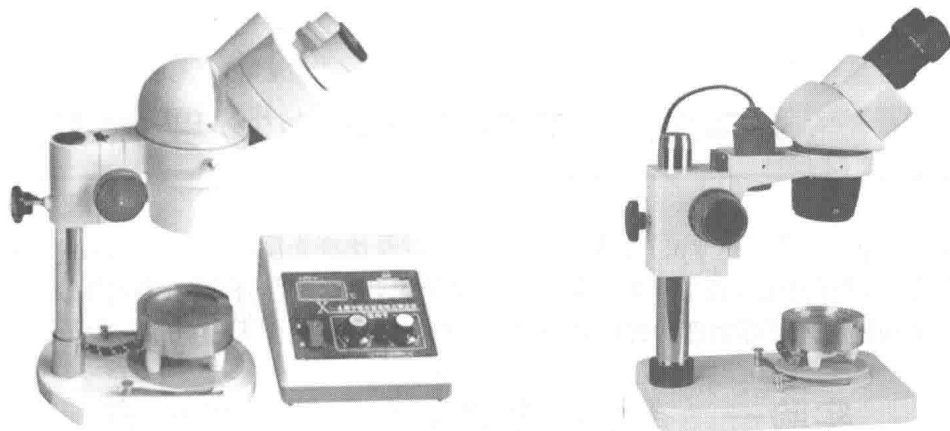


图 1-12 显微熔点仪

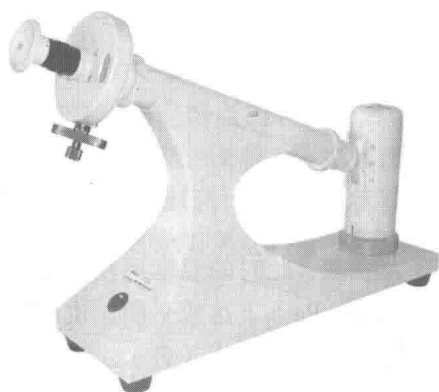


图 1-13 旋光仪



图 1-14 pH 计



图 1-15 电子天平



图 1-16 电子台秤

第二章 有机化合物物理常数测定

熔点 (m.p.)、沸点 (b.p.)、折光率 (n_D') 以及比旋光度 $[\alpha]_D'$ 是有机化合物的重要物理性质, 是鉴定有机化合物的必要常数, 也是表征化合物纯度的标准。测定物质的熔点、沸点、折光率和比旋光度等物理常数是对未知有机化合物或有机合成产物进行鉴定的重要手段。

实验一 有机化合物熔点和沸点的测定

一、熔点的测定

【实验目的】

- (1) 了解熔点测定的原理和意义。
- (2) 初步掌握用毛细管法和显微熔点仪测定熔点的方法。

【实验原理】

一般固体纯物质加热到一定温度时, 从固态转变为液态, 此时的温度可视为该物质的熔点。然而熔点的严格定义为固液两相在标准大气压 (100kPa) 下达成平衡, 也即固相蒸气压与液相蒸气压相等时的温度。纯净的固体物质一般有固定的熔点 (T_0)。当固体全部熔化后, 继续提供热量就会促使体系温度线性上升 (图 2-1)。这说明在一定压力下, 固液两态之间的变化非常敏锐。而在实际熔点测量过程中, 由于仪器精密度及人为因素, 会在熔点测定及物相观察时存在一定的误差, 通常将物质刚刚开始熔化时的温度称为始熔温度 (T_1), 物质全部熔化时的温度称为全熔温度 (T_2), 并将物质开始熔化至全部熔化的温度范围称为熔点距 (又称熔点范围或熔程), 如图 2-2 所示。对于纯净物, 其熔点距一般在 $0.5 \sim 1.0^\circ\text{C}$, 仪器越精密, 熔点距可能也相对越小。当有杂质存在时, 其熔点往往比纯净物低, 且熔点距较大。因此, 测定熔点的实际意义是, 不仅可以用来鉴定固体物质和定性地检验物质的纯度, 而且还能鉴别两个熔点相近或相同的物质是否为同一物质。

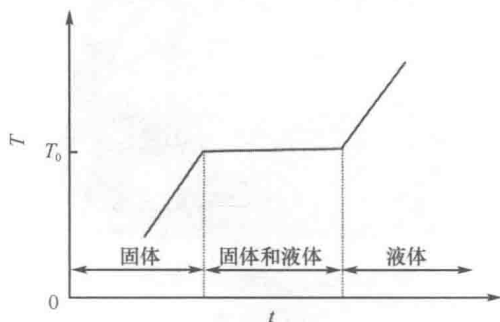


图 2-1 纯净物温度-时间理论曲线

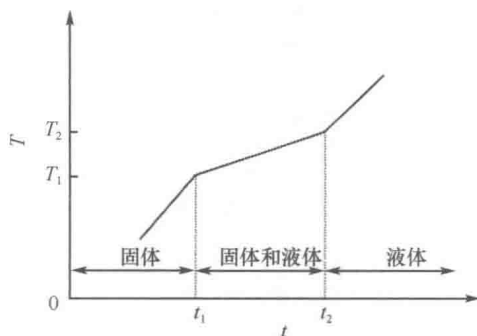


图 2-2 纯净物温度-时间实验曲线

测定熔点的方法有多种, 其中以毛细管法最为普遍, 其优点是样品用量少 (约几毫克), 装置和操作比较简便, 且用时少, 结果也比较准确。此外, 显微熔点仪法是另一种常见的

更为准确的熔点测定方法，该法广泛应用于化工、医药、橡胶等方面的研究。显微熔点仪可以通过程序升温获得缓慢加热的效果，进而可获得精确温度。其光学原理是利用反光镜元件引进光源，照亮被测物体，经过显微物镜放大，在目镜线视场中可以清晰地看到固液转化的全过程。

【仪器材料】

铁架台、烧瓶夹、表面皿、温度计（带有缺口的单孔软木塞）、酒精灯、玻璃棒、玻璃管、毛细管、提勒（Thiele）熔点测定管、显微熔点仪、镊子等。

【试剂药品】

液状石蜡、尿素（纯）、尿素和肉桂酸的混合样。

【实验步骤】

（一）毛细管法测定熔点

1. 仪器的安装

毛细管法测定熔点的装置有多种，本实验采用的是常用的提勒熔点测定管，又称 b 形管。装置如图 2-3 所示。

在提勒熔点测定管中注入液状石蜡作为导热液^[1]，加至液面高于直管与侧管相交点即可^[2]。用烧瓶夹将提勒熔点测定管夹在铁架台上；管口塞上带有缺口的单孔软木塞；将温度计插入其中，刻度应面向木塞缺口，以便观察温度；并使温度计的水银球恰好在熔点测定管的直管与侧管两相交点的中间位置。

2. 样品的填装^[3]

将少许待测熔点的干燥样品，置于洁净的表面皿上。用玻璃棒研成细粉末并聚成堆，将毛细管的开口一端插入粉末，此时即有少量样品挤入毛细管中。为了使样品装至毛细管底部，取一根长约 40cm 的玻璃管直立在干净的表面皿上，将毛细管的密封端朝下，使其从玻璃管中自由落下，结果样品很紧密地填在管底。重复上述操作数次，直至毛细管内装入的样品高 3~4mm。

按上述方法，分别装入尿素（纯）、尿素和肉桂酸的混合样品各两份。

3. 熔点的测定^[4]

小心地将温度计连同塞子一起取出，将装有样品的毛细管用橡皮圈固定在温度计旁（橡皮圈不要浸入溶液中），样品部分应置于温度计水银球的中部，如图 2-3 所示；然后再将温度计连同毛细管轻轻地插入熔点测定管的溶液中。

用酒精灯在图示部位缓缓加热熔点测定管，利用溶液产生的对流循环使管内温度均匀升高。

为了准确地测定熔点，对于每一个样品至少要测两次，先进行粗测，按每分钟 5~6℃ 的速度使温度升高，直至达到熔化，这样可测得一个近似熔点；待热溶液冷却到近似熔点以下 30℃ 左右，更换一根装有样品的毛细管，再进行精测，开始时温度上升的速度可稍快，待温度到达比近似熔点低约 20℃ 时，调节火焰，使每分钟上升 1~2℃，此时应注意观察温度上升和毛细管中样品的变化情况。接近熔点时，以 0.2~0.3℃/min 升温，当毛细管中

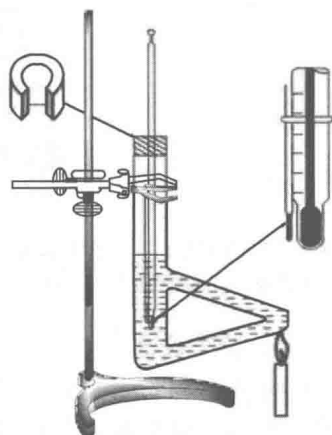


图 2-3 熔点测定装置

的样品开始塌落并出现微小的液滴时，表示样品开始熔化（始熔），记下温度（ T_1 ）。继续微热至样品完全变为透明液体，即样品全部熔化（全熔），记下温度（ T_2 ）。从始熔到全熔的温度范围（ $T_1 \sim T_2$ ），即为被测样品的熔点。

熔点测定至少要进行两次，数据应一致。每次测定必须用新装样品的毛细管。对于未知熔点的测定，可先以快速加热粗测，然后待溶液冷却至熔点以下 30°C 左右时，再做精测^[5]。

根据上述方法，测定纯尿素、尿素和肉桂酸的混合样的熔点。

（二）显微熔点仪法测定熔点

显微熔点仪法测熔点示意图，见图 2-4。

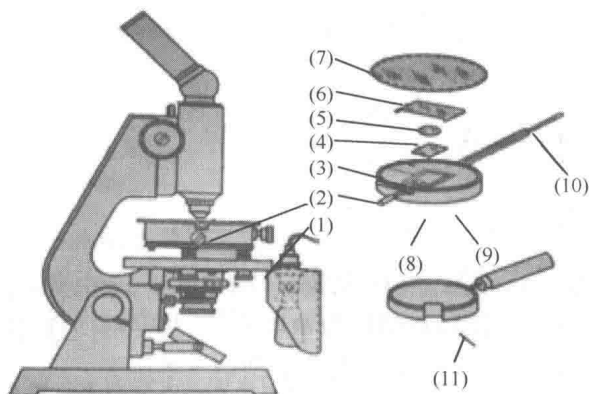


图 2-4 X-4 显微熔点仪示意图

(1) 显微镜载物台；(2) 调节载玻片支架的手柄；(3) 可移动的载玻片框；(4) 载玻片；(5) 盖玻片；(6) 弓形玻璃；(7) 边缘磨砂的隔热玻璃；(8) 中心有孔的玻璃板；(9) 电热板导线；(10) 矫正过的温度计；(11) 冷却用的铝合金块

1. 调节仪器

接通电源，将开关打到加热位置，从显微镜中观察加热台中心光孔是否处于视场中，若左右偏，可左右调节显微镜来解决。前后不居中，可以松动加热台两旁的两只螺钉（注意不要拿下来，只要松动即可），然后前后推动使之居中，锁紧两只螺钉。在推动加热台时，为了防止热台烫伤手指，把波段开关和电位器调到编号最小位置，即逆时针旋到底。然后将测温仪插入加热台孔直至底部。

2. 调整升温速度

可用秒表式手表来调整，在秒表处于某一值时，记录下这时的温度值，然后秒表转一圈（1min）时再记录下温度值。这样连续记录下去，直至所要求测量的熔点值，调节其升温速度为 $1^\circ\text{C}/\text{min}$ ，太快或太慢均可通过粗调和微调旋钮来调节。

3. 样品填装

首先将干燥的待测样品粉末充分研细，然后取一个盖玻片放在加热台上，再将研细的样品放到盖玻片的中心区域，依次盖上载玻片及隔热玻璃。

4. 调节物像

松开显微镜的升降手轮，参考显微镜的工作距离，上下调节显微镜，直到从目镜中能看到熔点加热台中央的待测物品轮廓时锁紧该手轮。然后调节调焦手轮，直到清晰地看到待测物品为止。

5. 测量熔点^[6]

打开调压测温仪的电源开关, 根据被测物品的熔点温度值, 旋动调温旋钮, 控制升温速度。一般前段 (距熔点 40°C 左右) 升温迅速、中段 (距熔点 10°C 左右) 升温减慢, 后段 (距熔点 10°C 以下) 升温平稳 (约每分钟升温 1°C)。同时观察被测物品的熔化过程, 记录初熔和全熔时的温度值。测量结束后, 用镊子取下隔热玻璃和载玻片, 完成测量。在重复测量时, 将开关处于关的状态, 这时加热停止。将散热器放在加热台上, 使温度降至熔点值 40°C 以下时, 装上样品, 将开关再次调至加热, 即可进行重复测量。测试完毕, 应切断电源, 当加热台冷却到室温时, 方可将仪器装入包装箱内。

根据上述方法, 测定纯尿素、尿素和肉桂酸的混合样的熔点, 并与毛细管法所测结果进行比较。

【思考题】

- (1) 怎样利用熔点测定法判断一个固体物质是否为纯净物?
- (2) 在毛细管法测定熔点的实验中, 某同学的实验报告显示某化合物的熔点为 105.23°C , 你觉得这个数据记录是否正确? 说明理由。

【注释】

1. 凡样品的熔点在 220.0°C 以下, 采用的浴液可为液状石蜡。液状石蜡可加热到 $220\sim 230^{\circ}\text{C}$, 但其蒸气可燃, 操作时应小心谨慎。

2. 溶液的加入量要适中: 过少, 在受热时不能流动; 过多, 溶液受热膨胀时使毛细管完全浸没在溶液中, 这要求提勒熔点测定管直管上端必须足够长。

3. 由于固体物质的熔点范围不仅受纯度的影响, 而且与晶体大小、样品的数量、毛细管的厚薄、样品填入毛细管的密实程度以及加热的速率等有关。因此, 样品必须研成粉末, 并要紧密地填装在毛细管中, 同时管中样品应有适当的高度, 这样才能传热迅速均匀, 结果准确。

4. 测定已知物的熔点, 往往可先查阅手册得知其真实熔点 (例如, 本实验中尿素的熔点为 133.0°C), 直接进行精测。但是未知样品的测定, 应先进行粗测后再进行精测。

5. 熔点测定可能产生误差的影响因素:

- (1) 熔点管不洁净。例如含有灰尘等, 能产生 $4\sim 10^{\circ}\text{C}$ 的误差。
- (2) 样品粉碎不够细。填装不密实, 产生空隙, 则不易传热, 造成熔点距变大。
- (3) 样品不干燥或含有杂质。根据拉乌耳 (Raoult) 定律, 会使熔点偏低, 熔点距变大。
- (4) 样品量的多少。太少不便观察, 造成熔点偏低; 太多会造成熔点距变大, 熔点偏高。
- (5) 升温速度应慢, 使热传导有充分的时间。升温速度过快, 熔点偏高。
- (6) 熔点管壁太厚, 热传导时间长, 会产生熔点偏高。

6. 要得到准确的熔点值, 可先用标准样品进行测量校准, 求出修正值, (修正值 = 标准值 - 所测熔点值), 作为测量时的修正依据。标准样品的熔点值和待测样品的熔点值越接近越好。这时, 样品的熔点值 = 该样品实测值 + 修正值。

二、沸点的测定

【实验目的】

- (1) 了解沸点测定的意义。
- (2) 掌握常量法 (蒸馏法) 测定沸点的原理和方法。