

有機化學實驗

人民衛生出版社

有機化學實驗

編 著 者

袁開基 薛 芬 費楚華 周維善

丁聲頌 沈乃蘭 何巧娟

人民衛生出版社

一九五五年·北京

內 容 提 要

本書內容敘述有機化學方面各種代表性的綜合性的實驗之原理及步驟。

全書共分 76 項實驗，每項實驗敘述的開頭都有簡明的綜述，根據常量或微量實驗的需要，註明主要藥品、需要時間及進行步驟，並且在每項最後都註有參考資料。這樣讀者可以全面瞭解和深入研究，這是本書的特點。

本書可作為大學中任何專業的普通有機化學系的學生及工作者的參考。

有 機 化 學 實 驗

書號: 1706 開本: 787×1092/25 印張: 8 字數: 212千字

袁開基 薛 芬 費楚華 周維善 編著
丁聲頌 沈乃蘭 何巧娟

人 民 衛 生 出 版 社 出 版
(北京書刊出版業營業許可證出字第〇四六號)
• 北京崇文區磁子胡同三十六號 •

人民衛生出版社印刷 • 新華書店發行
長 春 印 刷 廠

1955年7月第1版—第1次印刷

印數: 1—6,000

(長春版)定價: (7)0.93元

序

這本《有機化學實驗》是我們幾年來在上海第一醫學院藥學院教授有機化學和某些有關課程的經驗的一部分。現在發表出來，供同志們參考。裡面實驗的絕大部分，是經過或多或少的班級的試用的，其餘也至少是經過我們自己試做過的，所以可保證一定做得出。所有實驗的全部，需要一百多次實驗（每次3小時）才能做完，足可供每星期3次實驗的一學年用了。倘若學程實驗的次數較少，教員可以自己選擇。

我們教授的學生，多數是屬於藥物化學專業的。藥物化學專業所要求的有機化學標準，不亞於綜合性大學化學系的有機化學專業，所以我們認為本書也可供綜合性大學化學系採用。

實驗的內容，有的屬於常量的，有的屬於半微量的，但即使是常量的實驗，藥品的用量也已大減，不過仍保持適宜於應用一般儀器的用量。我們以為普通有機化學的實驗，若全用常量，或全用半微量，都是偏廢，應該讓學生兩種都做些，因為兩種是各有其用的。倘若為了節省藥品而使學生不熟練常量實驗的技術，是不明智的，半微量實驗的目的，也不全是為了節省藥品，近代有機化學家的業務水準，往往是看他能用若干少的東西能做出結果來衡量的。

實驗的性質絕大部分屬於綜合，這符合一般對訓練有機化學從業人員的要求。

在選擇實驗的時候，我們除考慮國內現在的實際客觀條件外，主要採擇那些比較有示範性的，也就是說，能舉一反三的。我們不主張特別在訓練有機化學從業人員的計劃中，在普通有機化學的學程內，夾雜着狹隘的功利主義，汲汲於直接結合專業。

經驗告訴我們，同學往往在讀完有機化學，甚至在畢業以後，還不瞭解有機化學實驗的本質。有的以為有機化學中的綜合，目的就是製取某物；有的只是照實驗的指導做，充其量只當是課堂講授的實踐，而課堂講授對有關實驗的部分，往往亦只是三兩句話而已。很少對實驗的涵義有全面的瞭解，更少對方法的得失利弊，有適當的估計。

本書特點之一，在每一實驗的開端，有一篇簡括而比較深刻的綜述，目的在糾正上述的缺點。綜述的內容比一般普通有機化學的要求稍為提高一些，但是我們認為同學是可以接受的，而且也容易鞏固，因為直接關連到實驗的理論，印象總比較深。我們以為這是可以開擴同學們的眼界的。

本書特點之二，每一實驗附有參考資料一節，在條件許可的時候，可以比較類似的方法，使同學養成一種觀感，科學不是刻板的而是需要靈活應用的。在選擇參考資料的時候，我們預定了十二種常見的實驗書，針對着每一實驗的內容，遍查每一種參考書，凡是有相似的實驗的，註明其頁數，具有方法或操作上不同的地方者，簡單說明其不同之處。所以凡是參考資料中不提的，就是裡面無類似的實驗；只提頁數而不加說明的，就是方法基本上無不同之處。我們規定的參考書是下面 13 種：

1. 普力揚尼西尼可夫著龐禮等譯：有機化學實驗(1954)(普力揚)
 2. 涅克拉索夫著余仲建譯：簡明有機化學實驗指南(1950)(簡明)
 3. Adams and Johnson: Elementary Laboratory Experiments in Organic Chemistry (1940)(Adams)
 4. Adkins and Mc Elvain: Practice of organic Chemistry(1933)(Adkins)₍₁₄₀₎
 5. Cheronis: Semimicro and Macro Organic Chemistry (Cheronis)
 6. Cohen: Practical Organic Chemistry (1924)(Cohen)
 7. Cumming, Hopper and Wheeler: Systemic Organic Chemistry (1950)(Cumming)
 8. Fischer: Laboratory Manual of Organic Chemistry (1931)(Fisher)
 9. Shriner and Fuson: The Systemic Identification of Organic Compounds (1935)(Shriner)
 10. Gattermann-Wieland-Mc Cartney: Laboratory Methods of Organic Chemistry(1935)(Gattermann)
 11. Organic Syntheses (Org. Syn.)
 12. Vogel: Practical Organic Chemistry (1950)(Vogel)
 13. Weygand, Organic Preparations(Eng. trans., 1945)(Weygand)
- 每種書名後括弧內的字，就是該書的簡稱，在正文內用之。

本書內所學雜誌參考文獻，一般都對證過原文，意大利文的雜誌，上海沒有，只好從 Chemical Abstracts 中對證。雜誌的頁數，是指論文的首頁。

本書的設計及全部綜述，由袁開基擔任，薛芬負責全書的總校閱，費楚華檢查全部參考資料。至具體實驗內容，由薛芬、費楚華及其他諸人分別不同數量的編寫。其中有一個實驗(實驗18)還是陳明敏同志的遺稿。我們對於這位不幸早故的青年科學工作者，寄以親切的哀悼。我們的分工雖大概如此，但在實際寫作過程中，仍盡量發揮集體的、互助的精神。但是我們覺得本書可能尚存在着缺點，希望同志們多多幫助與指正。

上海第一醫學院藥學院有機化學教研組 袁開基

1954年5月25日

目 錄

有機化學實驗須知	1
常用儀器圖	3
一、基本操作法	6
實驗 1 熔點的測定	6
實驗 2 沸點的測定	10
實驗 3 分餾法	12
實驗 4 蒸氣蒸餾法	14
實驗 5 真空蒸餾法	17
實驗 6 重結晶提純法	20
實驗 7 溶劑提取法	25
實驗 8 有機化合物的元素定性分析	26
二、脂肪族之部	30
實驗 9 醇類的化學作用	30
實驗 10 溴乙烷——醇類的羥基爲鹵素所取代的作用	32
實驗 11 二乙醚——醇類之脫水作用(甲)	34
實驗 12 乙烯——醇類之脫水作用(乙)	37
實驗 13 正辛烷——Wurtz 氏綜合法	39
實驗 14 乙炔之製備及其性質	43
實驗 15 丁酸——伯醇氧化製酸法	44
實驗 16 正戊酸——腈類水解製酸法	46
實驗 17 氯乙酸——脂肪酸的氯代	48
實驗 18 α -溴代乙酸—Hell-Volhard-Zelinsky 氏綜合法	51
實驗 19 有機酸類的化學作用	54
實驗 20 氯化乙醯——三氯化磷與有機酸之作用	57
實驗 21 乙酐——酰氯與有機酸鈉鹽之作用	59
實驗 22 乙酸乙酯——Fischer 氏酯化法	61
實驗 23 醛類與酮類的化學作用	63
✓ 實驗 24 丙酮——仲醇氧化成酮	66
實驗 25 水合片納醇[水合 2,3-二甲基丁醇(2,3)]——酮類的 貳分子還原	69

實驗26	片納酮(3,3-二甲基丁酮-(2))——片納醇(2,3-二甲基丁醇(2,3))轉位	72
實驗27	二丙酮醇——酮與酮的醇縮合	74
實驗28	叔戊醇——Grignard 氏綜合法	76
✓實驗29	鹵仿反應	79
實驗30	乙醯胺——有機酸銨鹽的局部脫水作用	81
實驗31	乙腈——醯胺類脫水製腈類法	84
實驗32	鹽酸甲胺——Hofmann 反應	85
實驗33	尿素——Wöhler 氏的合成尿素法	88
實驗34	多元醇及其醣類之化學作用	90
實驗35	卵磷脂——卵磷脂的提取及其性質	93
實驗36	乙醯乙酸酯——酯縮合作用	95
實驗37	丙二酸酯	97
實驗38	醣類之化學作用	99
實驗39	旋光度之測定	102
實驗40	甘氨酸之製備及其性質—— α -鹵代 酸的氨解	103
三、芳香族之部		106
實驗41	溴苯及對二溴苯——苯的溴化作用	106
實驗42	磷及對-硝基酚——苯酚的單硝化	107
實驗43	茴香醚——用硫酸二甲酯的甲基化法	109
實驗44	硝基苯——苯的單硝化	111
實驗45	苯胺——硝基苯的還原	113
實驗46	氫合偶氮苯——硝基苯的局部還原	116
實驗47	聯苯胺——聯苯胺轉位	118
實驗48	對-氨基苯磺酸——氨基苯的磺化作用	121
實驗49	對-硝基苯胺——氨基苯的硝化和氨基的保護	122
實驗50	胺類的化學作用——脂肪族和芳香族的胺類	125
實驗51	苯酚——重氮基為羥基所取代的作用	128
實驗52	鹽酸苯肼——重氮鹽類之還原	130
實驗53	氮代苯——Sandmeyer 氏反應	133
實驗54	甲基橙——重氮鹽類之配偶反應	135
實驗55	苯氨基重氮苯——重氮鹽類與伯胺類的配偶反應	136
實驗56	對-苯醌——對-苯二酚之氧化	137

實驗57	安息香——安息香縮合	140
實驗58	二苯基乙二酮——安息香的局部氧化	142
實驗59	二苯基羥乙酸——二苯基羥乙酸轉位	143
實驗60	水楊醛——Reimer-Tiemann 氏反應	146
實驗61	肉桂酸——Perkin 氏反應	148
實驗62	氫合肉桂酸——用鈉汞齊的還原法	150
實驗63	苯乙酮——Friedel-Craft 氏反應	153
實驗64	苯甲基- β -羥丙酸乙酯—Reformatsky 氏反應	155
實驗65	乙代苯——Clemmensen 氏反應	157
實驗66	1,3-二苯丙烯-(2)-酮——Claisen 與 Schmidt 氏 縮合反應	159
實驗67	馬尿酸——Schotten-Baumann 氏反應	161
實驗68	鄰-苯甲醯苯甲酸——芳鄰二酸酐的 Friedel-Craft 氏 反應	163
實驗69	β -萘磺酸鈉——萘的磺化作用	165
實驗70	β -萘酚——鹼熔法	166
實驗71	蒽醌——芳酮的鄰羧酸脫水環合成醌法	168
四、雜環族之部		171
實驗72	喹啉——Skraup 氏合成法	171
實驗73	呋喃甲醛——農產廢物製呋喃甲醛	173
實驗74	呋喃甲酸及呋喃甲醇——Cannizzaro 氏反應	175
實驗75	呋喃(Furan)——羧酸的脫羧基作用	178
五、多步驟的工業合成		180
實驗76	從松節油合成樟腦	180
	從松節油製氯化苧	184
	從氯化苧製取烯苧	186
	從烯苧製乙酸異龍腦酯	187
	從乙酸異龍腦酯製異龍腦	188
	從異龍腦製樟腦	189

有機化學實驗須知

(1) 總的要求

有機化學實驗的目的，不僅在於證實所學理論，練習操作技術，同時亦在培養正確觀察、精密思想及誠實記錄的習慣，從而在理論上有所提高。為要充分達到這個目的，必須在每次實驗以前，詳讀本實驗的內容，明白其大概手續及理論要點，並預作計劃；切忌盲目追隨實驗指示。否則，不但失去實驗精神，並且多耗時間。本書中每一實驗的開端，有一篇關於本實驗理論和操作方面的全面性敘述，標準比一般普通有機化學略為高些。我們認為這樣不但可以幫助同學概括地瞭解實驗的全面情況，而且可以得到若干的提高。

本書實驗，以屬於製備者為多，大凡要求較高的有機化學實驗，都是如此。但同學應該認識，有機化學的製備實驗，不是以製備為目的，乃是通過製備來瞭解某一基本反應，或練習某一基本操作。這點在每一實驗開端的概括性敘述裡，都加以指出。

同一實驗的內容，各種實驗教本可能有大同小異的方法。這不同的來源，或由於編者個人的工作經驗，或由於不同的客觀條件。在實際有機化學綜合的業務上，有目的地改變些前人的方法，往往是必要的。為了給同學以一種正確的認識，即實驗的指示不是絕對不能更改的，我們選擇了 13 種常見的實驗書，凡與本書某一實驗類同的實驗，舉出其所在，並簡單述說其不同之處（完全同者，只舉出其所在）。若條件許可，同學可互相參證，但可不作為實驗的要求。

(2) 記錄與產品

隨時正確地適當地記錄操作觀察和結果，是有機化學從業者應懂的技術之一，也是一種應及早養成的習慣。每位同學須備臨時筆記簿一本，正確記錄每一實驗應記錄之項，如原料數量，進行過程，觀察所得之現象，以及產物之數量，熔點或沸點（如教員如此要求）等等。此項筆記簿之記載，作為正式報告之藍本，須預備教員隨時查考。內容是否合格？或記錄是否與正式報告上所記者相同？凡正式報告上之記錄，應見而未見於臨時筆記簿，或兩處之記錄不符者，即為不誠實記錄，或未懂如何記錄之表現，應及時予以糾正。至於正式報告的要求格式，由教員結合具體情況臨時公佈之。

實驗所得的產品，如不供下一實驗用者，應繳予教員，彙總使用，節約物

資。繳進的製品，應適當的純潔和乾燥。至於具體要求以及詳細辦法，亦由教員結合具體情況臨時公佈之。

(3) 實驗室紀律

實驗室人多手雜，爲了提高學習效率、保持清潔以及節約物資，下面的紀律是必須遵守的：

① 緊隨實驗指導，如對藥品用量，觀察等等，尤其特別指示及教員臨時警告，如有疑問，應即問明。

② 試驗儀器及試驗臺，在離開實驗室之前，都須整理清潔。試劑藥品用後，應安置原處，切勿亂放，尤應注意不要調錯試劑瓶的蓋頭。

③ 在實驗室中，應集中注意力，避免不必要的說話，及高聲談笑。

④ 水電不用時，應即關閉。用於冷凝管的水，不必放得太急。洗滌儀器時用水，亦不必將水龍頭開得太大。

⑤ 裝置應力求整潔美觀，不可草率從事。這習慣應及早養成。

⑥ 火柴梗、廢紙等廢物，應送到廢物箱中，或暫放自己試驗臺上，不可隨地亂拋。

(4) 事故的防止

有機化學的實驗，由於操作中的疏忽，是可能會引起起火、爆炸以及其他不幸的事件，但若仔細操作，事故是可以完全防止的。下列是最基本的應注意之點：

① 作用較烈及有毒氣發生之實驗，在實驗指導中註明者，宜在通風櫥中進行之。

② 烈性藥品，如氰化鉀等，用過後應立即洗手，以免中毒與被侵蝕。

③ 切勿將易燃溶劑放在大口容器（如燒杯）內加熱。

④ 容器（燒瓶或蒸餾燒瓶等）加熱時，切不可完全密閉，以免有爆炸危險。

⑤ 切不可將金屬鈉渣滓投入水槽或水缸內，應先用酒精毀去。

⑥ 不要將易燃燒及揮發性的溶劑傾入水缸內，應傾入水槽，立即沖去。

⑦ 化學品及油浴鍋着火時，不可用水去撲滅，宜用沙子或裝有四氯化碳的滅火機撲滅之。

⑧ 衣服着火時，切不可跑動，以免因空氣的擾動而使火焰擴大，應很快地用毯子或大衣蒙蓋起來，使與空氣隔絕。

⑨ 真空蒸餾時不可用平底燒瓶，因其不夠機械強度，可能引起爆炸。

⑩ 乙醚長時間的存放在見光處，會有過氧化物形成，蒸餾時會引起猛烈

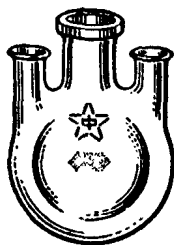
的爆炸。所以蒸餾來源不明的乙醚前，應先請教員試驗有無過氧化物存在，並遵照其指示進行。

(5) 急救

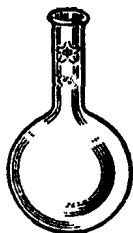
事故發生後，應即報告教員，重大者及時送醫院。零星小事故，可照下列方法處理：

- ① 輕微的灼燒時，塗以鞣酸油膏。
- ② 皮膚上着酸時，立刻用大量的水洗之，然後用飽和重碳酸鈉溶液洗。
- ③ 皮膚上着鹼時，立刻用大量的水洗之，然後以 0.5% 乙酸或硼酸的飽和溶液洗。
- ④ 眼睛裡着酸時，立刻用大量的水洗之，然後用洗眼杯以飽和重碳酸鈉溶液洗。
- ⑤ 眼睛裡着鹼時，立刻用大量的水洗之，然後用洗眼杯以 0.5% 乙酸洗，繼以重碳酸鈉的飽和溶液洗。
- ⑥ 溴灼傷時，皮膚上的溴灼傷，可以 2 % 硫代硫酸鈉溶液洗。

常用儀器圖



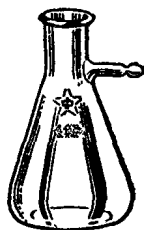
三口燒瓶



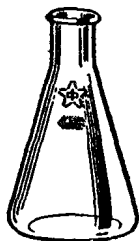
圓底燒瓶



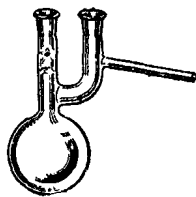
平底燒瓶



過爐瓶



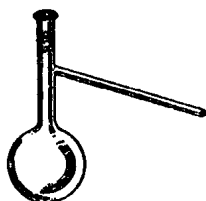
三角燒瓶



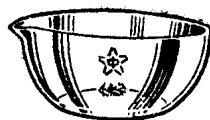
克氏蒸餾瓶



研鉢(附玻杵)



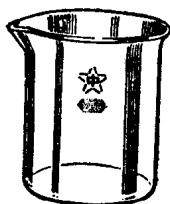
蒸餾燒瓶



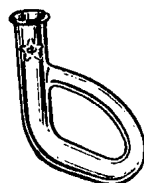
蒸餾皿



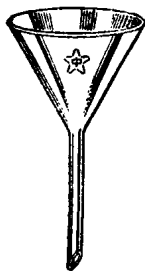
鑄面皿



燒杯



熔點測定管



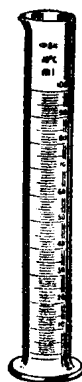
漏 斗



抽氣管



分液漏斗



量 筒



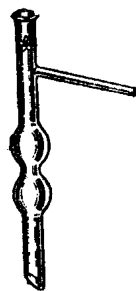
直形冷凝管



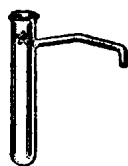
球形冷凝管



空氣冷凝管



分餾柱



微量蒸餾管



微量過瀦管



微量分餾管



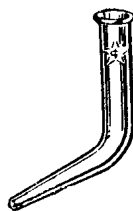
指形冷凝管



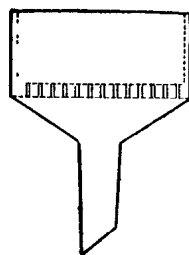
微量氯化鈣管



氯化鈣管



彎形接管



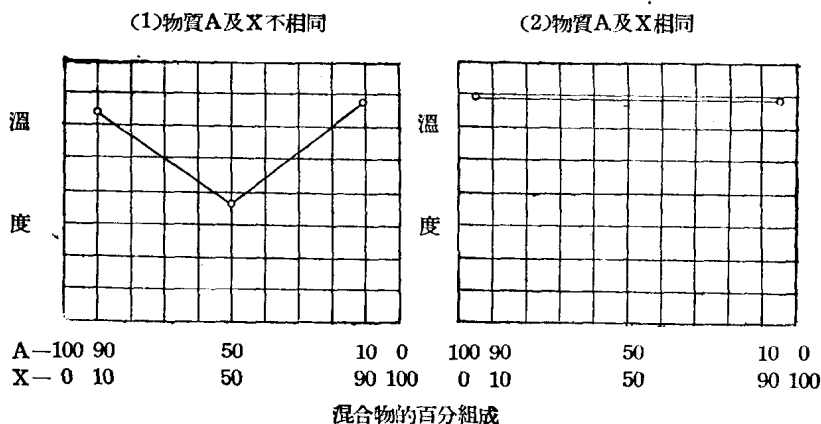
布氏漏斗

一、基本操作法

實驗 1 熔點的測定

固體物質可分晶形及無晶形二種，後者如玻璃或瀝青等，當加熱時僅慢慢的軟化，無明銳的熔點。但純粹的晶形固體，在一定的溫度時，有一明銳的熔點。因此固體有機物質藉熔點的測定，可鑑別其純粹與否。晶體的真實熔點，應為固體與液體成平衡時的溫度。但平常在實驗室中常以如本實驗所用較簡便的毛細管方法來測定熔點。見之於化學手冊及文獻者亦然，實則此種毛細管熔點，常較真實熔點略高。

測定熔點時，係記取當固體開始液化至完全液化時的溫度。熔點範圍即固體開始液化至完全液化時所經間隔。熔點範圍的遠近可表示固體純粹與否。純粹固體均有一極短的熔點範圍，尋常為 0.5°C — 1.0°C 。如有少量的雜質存在時，能使固體的熔點範圍顯著的增加，並且熔點降低。此一事實可以用混合熔點法來明確固體有機化合物的鑑定。因為相同的二種固體，在任何比例混合中，將有一定不變的熔點；相反的不同的固體混合物，將會降低熔點，如下圖所示：



不純物質的熔點所以較低於純粹物質，蓋由於存在的雜質太多，已呈溶解性物質作用，一如溶液的凝固點，常較溶劑為低。

測定熔點時應注意加熱的方法，通常以比較快的速率將溫度昇到離估計

的熔點約 20°C ，然後用小火，使溫度每分鐘昇高約 5°C ，至所要測定的熔點。此點在測定某些化合物在熔融時分解者，更應注意。那些在熔融時分解的物質，在達到其熔點時，可見其顏色變化，或有氣體發生，其熔點，實即為分解點。加熱太快，常較緩緩加熱為高。

本實驗的目的在使學生認識並熟練熔點的測定，以便以後在製備固體物質時應用。

溫度計的校正及汞柱校正值——這個實驗是應用到溫度計的，而溫度計在有機化學實驗裡，是一種最常用的工具，所以我們必須先將它的性能瞭解。首先我們要知道，買來的溫度計，不一定做得很準，因此它所指示的溫度就不一定可靠。即使溫度計是準確的，它在應用時所指示的溫度數，也在理論上是不準確的。第一點我們很容易瞭解，第二點須加以說明。溫度計製造時，它的刻度是按照全部水銀柱浸入同溫層中刻出來的。譬如我們家用的寒暑表，倘若它指示室溫是 80°F 的話，那就是全只表在 80°F 的空氣裡，但是現在我們用溫度計來測定熔點，祇有一部分的溫度計插入加熱液內，其另一部分則溫度較低，因此很能想像，倘若把全部溫度計插入加熱液中，其指示的溫度必較高，這是理論所要求的。但事實上很難做到，因此乃有汞柱校正值的辦法。

要看我們所用的溫度計是否準確，可將它與已經可靠機關校正過的溫度計比較之。若此不可得，可用它來測定幾種純度可靠而又有可靠常數的化合物熔點或沸點。根據其相差之值，畫出一條校正圖。可供檢定用的化合物，有表內所舉的幾種：

沸 點(760mmHg)		熔 點	
丙酮	56.1	水—冰	0.0
水	100.0	1,3-二硝基苯	89.7
溴化乙烷	131.0	苯甲酸	121.7
苯胺	184.4	二苯基代羥乙酸(Benzilic acid)	150.0
硝基苯	210.1	馬尿酸(Hippuric acid)	187.5
α -溴基萘	281.1	3,5-二硝基苯甲酸	204.0
二苯甲酮(Benzophenone)	305.9	辛可寧(Cinchonine)	264.0

汞柱校正值可應用下面的公式算出來：

$$\text{汞柱校正值} = N(t - t')0.000154$$

N = 溫度從液面至溫度計讀數

t = 溫度計讀數

t' = 附加溫度計讀數 (代表汞柱 N 的平均溫度)

此值應加於觀察所得的溫度上，在溫度低於 100°C 時，此值不明顯。這種校正值，也是不十分準確的，因為 t' 不容易知道。

若用特製短幹溫度計，每支只刻 20° — 30° ，將全部水銀柱浸入加熱液自然汞柱校正可免，這種短幹的溫度計是有的，但不常用。

在我們的實驗裡，同學可不必作汞柱校正，事實上文獻裡的數字也經過此種校正的，但經過的也有，那末就須在數字後註明「校正」。

主要藥品

肉桂酸(Cinnamic acid)	0.1g.
脛	0.1g.
棉子油或濃硫酸	30ml.

需要時間 2—3小時

手續

(1) 熔點測定器的裝置：如圖 1 所示彎一有柄玻璃棒圈使適用於 50ml. 燒杯中，能上下攪動，置燒杯於放有鐵絲網的鐵圈上，取一溫度計前端具一適合的軟木塞，以便燒瓶夾夾住。使水銀球直立於離燒杯底約 1cm. 的中心處。然後傾入棉子油或濃硫酸(註 1)於燒杯中，棉子油或濃硫酸不能超過燒杯體積的 $\frac{1}{3}$ ，否則將會引起許多麻煩。

(2) 毛細管之製備：取試管一只或粗玻璃管一根(長約 8cm.)加熱至軟，離去火焰，拉成直徑 1—2mm. 之薄壁毛細管，用小銼刀將毛細管切成數段，不使管口毛糙每段長約 6—8cm.，一端用小火密封。

(3) 試品之裝入：取少量試品(約 5—10mg.)於小錶面皿上，研成粉末，裝若干於毛細管口內，輕拍管之下端，如此重複數次，直至試品在管內昇至約 6mm. 處，再拍管之下端，使至結實。將毛細管附着於溫度計上，使試品接近於側面水銀之中心。

(4) 加熱：用小火焰加熱，並不時攪拌，使溫度緩緩上昇，繼續加熱，直至

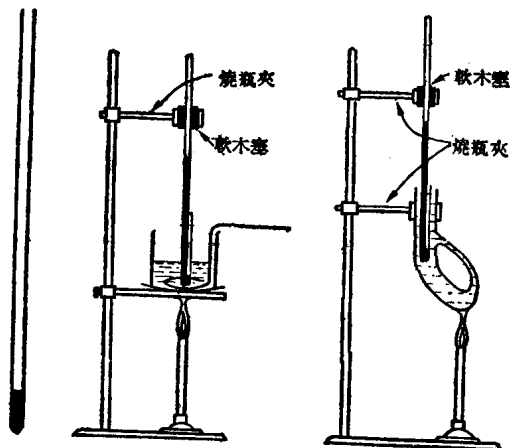


圖 1 測定熔點的儀器

離開熔點 $15^{\circ}-20^{\circ}\text{C}$ 時(註2), 然後用極小火加熱, 每分鐘上昇約 5°C , 繼續加熱, 記取固體剛開始熔化至完全熔化為止, 此一溫度即為熔點範圍。

Thiele 氏熔點測定器, 測定熔點時, 較為簡便, 可避免用手攪拌, 其原理甚為簡單。因為由於熱流循環, 使液體受熱均勻。

① 分別測定脛及肉桂酸的熔點。

② 預備一混合物大約 90% 脛及 10% 肉桂酸(取 9 份脛及 1 份肉桂酸)混和均勻後, 測定其熔點。

③ 如上法, 但用 90% 肉桂酸及 10% 脛之混合物。

④ 如上法, 但用 50% 肉桂酸及 50% 脛之混合物。

⑤ 從上面結果, 作圖表示此二混合物在不同比例時所得之熔點。

註釋

(1) 用濃硫酸時, 倘加熱超過 250°C , 有時能發生危險, 如見其有沸騰現象時, 應立即停止加熱, 加入硫酸鉀, 可使溫度升高至 350°C 。但此液體在冷時即成固體, 因有酸性硫酸鉀析出, 因此在未冷前, 先將溫度計取出。

(2) 在測定熔點時, 先可作一草率預試, 以便第二次測定, 對於未知物的測定, 更應作一預試。

參考資料

(1) 普力揚, pp. 30—33——用頸部脹大的試管在三角燒瓶內測定。

(2) 簡明, pp. 14—17——用試管測定。

(3) Adams, pp. 12—21——用燒瓶測定。

(4) Adkins, pp. 15—20.

(5) Cheronis, pp. 41—52——有三種熔點測定器之裝置: ①用燒杯測定。②用燒瓶測定。③用 Thiele 氏熔點測定器測定。

(6) Cohen, pp. 83—4——用燒瓶測定。

(7) Cumming pp. 17—20: ①用燒杯測定。②用試管測定。③用燒瓶測定。

(8) Fischer, pp. 27—33——用直徑為 32mm., 長度為 14.5cm. 和直徑為 17mm., 長度為 14cm. 的二試管作為熔點測定器。

(9) Gattermann, pp. 40—42 用燒瓶測定。

(10) Shriner, pp. 19—23——附有 Dennis 溶點測定器及用 Maquenne 磚測定熔點的方法。

(11) Vogel, p. 231.

問題

1. 何謂熔點?

2. 從混合物熔點測定的結果, 可得何結論?