



浙江大学
ZheJiang University

熔点测定



一、实验目的

1、学习梯勒管熔点测定和熔点测定仪的基本原理。

2、掌握梯勒管熔点测定和熔点测定仪的基本操作。



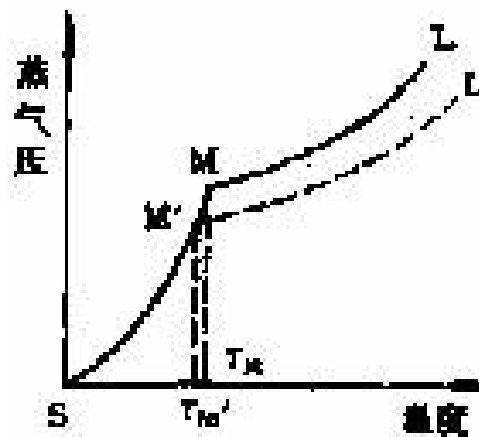
二、基本原理

将固体物质加热到固态转变为液态时的温度即为该物质的熔点。纯净的固体化合物通常有固定的熔点，且熔程（固体开始熔化到全部熔化的温度范围）不超过 1°C 。如果含有杂质，则熔点通常会比纯净物质降低，熔程也会加长。所以，可以通过测定熔点来鉴定有机物，并通过熔程来检验其纯度。



测定混合物熔点可以鉴定两物质是否为同一物质。未知物A与已知物B等量混合，若混合物熔点与A和B相同，则为同一物质。若比A或B的熔点低得多且熔程加长，则为不同物质。

物质的蒸汽压曲线图示如下：



物质蒸汽压随温度
变化曲线

图示中SM和ML分别表示物质在固态和液态时温度和蒸汽压的关系，都随温度升高而升高。在交叉点M处，固液态并存，此时温度为该物质熔点。



根据拉乌尔定律，在一定温度、压力下，溶质的加入将降低溶剂的蒸汽分压，因此，杂质的存在将使得混合物熔点比纯净物低。但是，当混合物生成新的物质或者形成固溶体时，混合物熔点有可能高于原有纯净物熔点。

有些纯物质没有固定熔点，它们在到达熔点之前已经分解。这些物质的熔点实际上就是其分解点。



常见熔点测定仪器有梯勒管、显微熔点测定仪、数字熔点仪等。梯勒管仪器简单廉价，显微熔点仪所需样品量少，数字熔点仪操作方便。结合实验，我们简要介绍梯勒管熔点测定法和数字熔点仪测定法。



三、主要步骤

1. 梯勒管熔点测定法

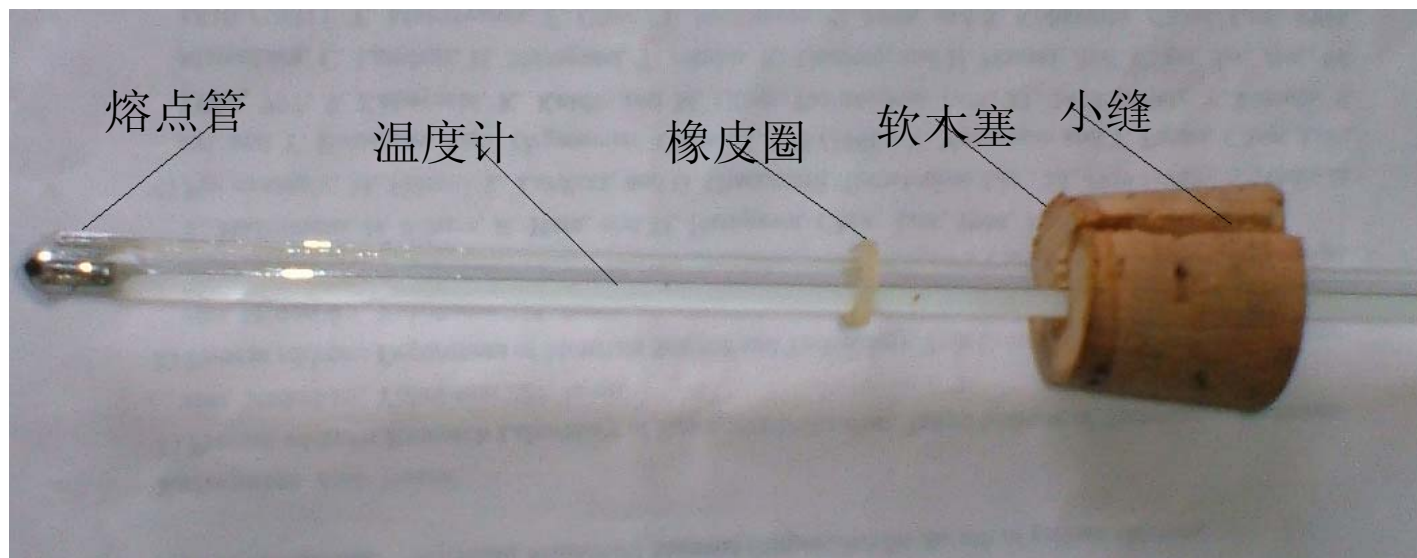
(1) 取内径1mm，长80mm的薄壁毛细管，将一端用火焰封闭，即为熔点管。



(2) 取少量干燥研细的样品，将熔点管插入样品堆中，使得样品挤入熔点管中，让熔点管从一根30-40cm长的玻璃管中自由掉落到表面皿上，利用自由落体运动的冲击力，使得样品紧密。样品高度一般不超过2mm。

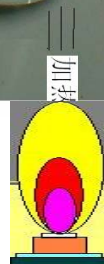


(3) 将熔点管用小橡皮圈缚在温度计的下端，样品一端靠近温度计水银球中部。温度计插入一个中心开孔，一侧切开一条小缝的软木塞中。如下图。





(4) 在梯勒管中加液体石蜡直至支管口之上，将温度计插入梯勒管中。加热梯勒管，受热的浴液在浴管里做上升运动，使得温度比较均匀。开始时升温速度可以控制在每分钟4-6 °C，当温度与熔点相差10-15 °C时，控制升温为每分钟1-2 °C。观察试样变化，记下样品开始塌落（初熔）和全部熔化（终熔）温度范围。装置图如下：





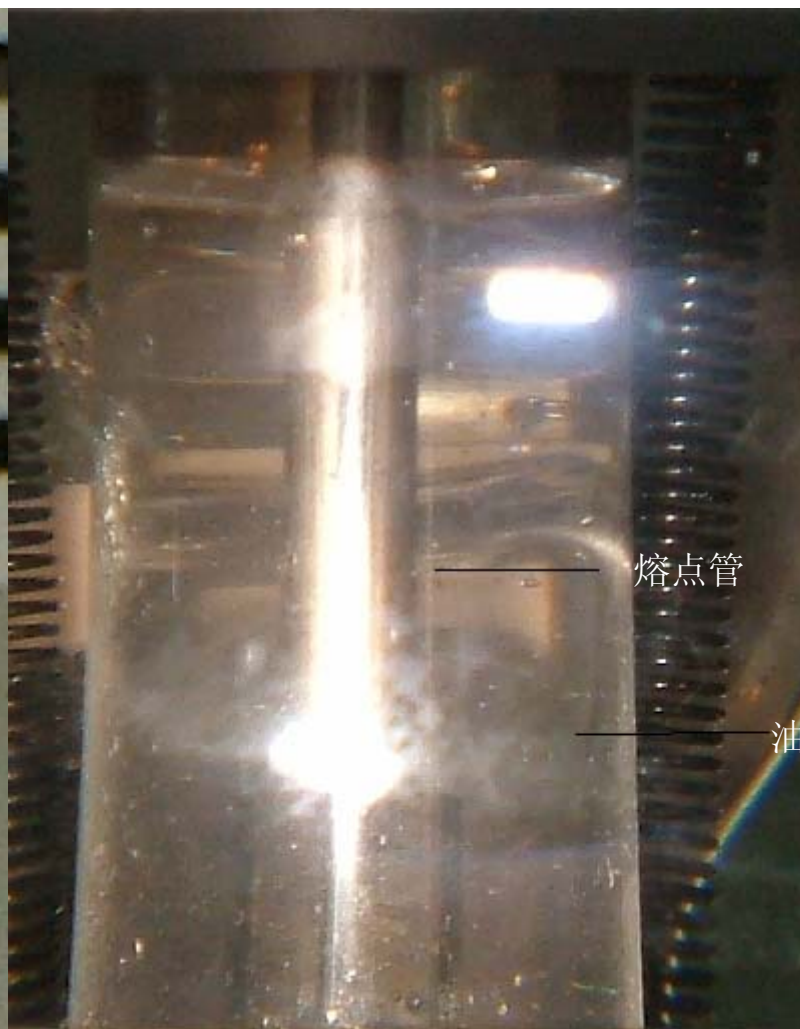
(5) 上述测定过程至少重复两次。测定完毕，等液体石蜡冷至室温，倒回原来的试剂瓶。温度计冷却后擦去石蜡，清洗干净。



2. 数字熔点仪熔点测定法

(1) 预置温度，通过起始温度拨盘输入起始温度，起始温度一般比样品估计熔点低 20°C 以上。

(2) 将装有待测物质的熔点管从毛细管插入口置入到油浴管中。图示如下：





(3) 开启电源开关，仪器自动达到预置温度。

(4) 速率选择 ($^{\circ}\text{C}/\text{min}$)，先选择3

$^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，到临近样品估计熔点后选择0.5

$^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。图示如下：



浙江大学
ZheJiang University





- (5) 观察样品的熔化过程，初熔时按下“初熔”按钮，仪器记录初熔温度；终熔时按下“终熔”按钮，仪器显示终熔读数。此时若要读出初熔温度，按下“读出”按钮即可。
- (6) 重复实验。按下“置入”按钮，则仪器重新回到预置温度，平衡后重复2-5步。



四、相关问题及注意事项

1. 梯勒管熔点测定法:

- (1) 浴液须加至梯勒管支管以上，橡皮圈以下。
- (2) 测定空气敏感或者易升华的特殊物质时，熔点管封管后再测定。
- (3) 熔点管须尽量紧靠温度计水银球。
- (4) 温度计水银球不得触碰到梯勒管壁。
- (5) 温度在 220°C 以下时，浴液可以采用浓硫酸。除此之外，还可采用浓磷酸、有机硅油等浴液。



2. 数字熔点仪熔点测定法:

- (1) 熔点管插入毛细管插入口时须垂直, 以免折断。
- (2) 预置温度不可离样品预计熔点太近。
- (3) 重复实验时须等显示温度到达预置温度方可重新升温。



五、思考题

1. 为什么熔点管里的样品要装得紧密？
2. 梯勒管熔点测定时，为什么液体石蜡液面须超过梯勒管支口？
3. 梯勒管熔点测定时，为什么软木塞要开一条小缝？
4. 梯勒管熔点测定时，为什么橡皮圈不能没入液体石蜡？



5. 梯勒管熔点测定时，为什么熔点管要尽量靠近温度计水银球？
6. 熔点仪熔点测定时，为什么预置温度不能离样品预计熔点太近？
7. 重复实验时，能否使用原来的熔点管及样品？为什么？



浙江大学
ZheJiang University

祝大家实验顺利!