

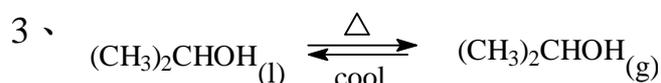
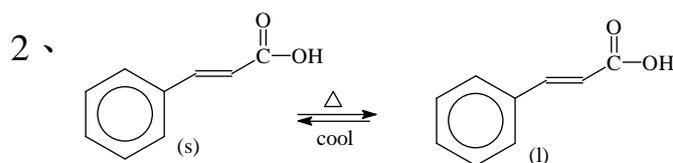
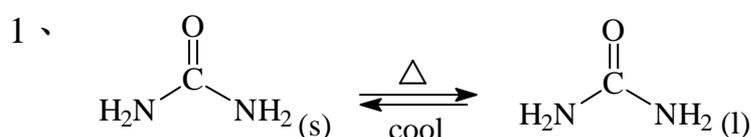
測熔點及沸點

一、實驗目的：

熔點 (m.p) 及沸點 (b.p) 是有機化合物的重要物理性質，是鑑定有機化合物常用的方法之一，也是化合物純度的指標。

本實驗乃是利用已知物來學習測熔點及沸點，並以未知物來鑑定化合物的純度。

二、實驗方程式：



三、實驗原理：

1、熔點：

①熔點是固體化合物固、液兩相在大氣壓力下達成平衡的溫度，純淨的固體化合物一般都具有固定的熔點，固、液兩相之間的變化是非常敏銳的，自初熔至全熔（稱為熔程）溫度不超過 0.5~1°C。

加熱純淨的有機化合物，化合物溫度不到熔點時以固相存在，加熱使溫度上升，達到熔點，開始有少量液體出現，而後固、液相平衡，繼續加熱，溫度不再變化，此時加熱所提供的熱量使固相不斷轉變為液相，兩相間仍為平衡，最後的固體熔化後，繼續加熱則溫度線性上升。因此，**在接近熔點時，加熱速率一定要慢，每分鐘溫度升高不能**

超過 2°C ，只有這樣，才能使整個熔化過程儘可能接近於兩相平衡條件，測得的熔點也愈精準。

當化合物不純時（含有雜質），可溶性雜質對於固體有機化合物熔點的影響是使其熔點降低，擴大其熔程。

②混合熔點—在有機化合物的分析和研究工作中，鑑定任何一種新製備的化合物是否為一已知化合物，常用的鑑定方法是用混合熔點法。假設化合物甲根據反應及測定推斷可能為已知化合物乙，測定甲的熔點與乙的熔點相同或相差甚微，此時可將甲與純淨的乙混合後再測熔點，若甲、乙並非同一化合物，則乙的作用就相當於雜質，其結果是所測的混合熔點必低於甲或乙各自的熔點。且熔程擴大；反之，如混合熔點並無降低現象，除少數例外，我們幾乎可以斷定甲、乙為同一物質。

2、沸點：

①液體的分子，即使在較低的溫度下，也可以從其表面逸入空間成為氣體分子（此為蒸發），氣體分子同時也不斷地重新凝聚為液體。在一定的溫度下，某一液體和它的蒸氣只能在一定壓力之下呈平衡狀態，這一特定的壓力叫做該液體的蒸氣壓力。各種純淨化合物在一定溫度下，不論其體積大小都有一定蒸氣壓力，並且蒸氣壓力隨溫度的升高而增加。當蒸氣壓力增加到等於作用於液體的外界壓力時，液體即開始沸騰，此時的溫度即為該液體的沸點。所以**液體的沸點隨外界大氣壓力而改變**。當液體中溶入其他物質時，無論這溶質是固體、液體或氣體，亦無論其揮發性的大小，溶劑的蒸氣壓總是降低，而形成的溶液的沸點則與溶質的性質有關（依數性質）。

②在一定的壓力下，純淨的化合物，必定有一固定的沸點，因此一般可以利用測定化合物的沸點來鑑別某一化合物是否純淨，但如我們所知的，具有固定的沸點的液體不一定均為純淨的化合物，如共沸

混合物：95.6% 乙醇 (bp=78°C) 與 4.4% 水 (bp=100°C)，共沸點為 70.3°C。共沸混合物在氣相中的組成份與液相相同，所以無法以蒸餾或分餾的方法將它們分離。

3、影響沸點因素之探討：沸點高低決定於——氫鍵與凡得瓦力

【1】氫鍵：氫鍵數越多沸點愈高

【2】凡得瓦力：

(1) 倫敦力 (分散力)：誘導偶極與誘導偶極之作用

(A)由來：當分子內各原子之鍵結量皆已滿足，則彼此靠近時由於瞬時電子雲之破壞，造成之結合力。

(B)大小決定因素：

①電子數目 (分子量)：電子數目愈大 (分子量愈大)，分散力愈大，沸點愈高。

②分子形狀：電子數及分子大小接近之分子 (如同分異構物) 接觸效果較佳之形狀分散力較強 (直鏈型較佳或愈平面效果愈好)，沸點愈高。

(2) 偶極—偶極作用：

(A)此作用力存在於極性分子間，如果正端靠近負端時作用力最強。

(B)分散力接近時，其偶極—偶極吸引力有較強的引力。

(3) 偶極—誘導偶極力：當極性分子接近非極性分子造成之引力。

4、影響熔點因素之探討

(1) 分子間引力愈大，晶格維繫力量愈強，熔點愈高。

(2) 較對稱的分子，晶格不易扭曲而瓦解，熔點愈高。

5、總結：

(1) 沸點高低比較：

①氫鍵↑；沸點↑

②電子數↑；沸點↑

③極性↑或形狀（直鏈型或愈平面）；沸點↑

(2) 熔點高低比較：

①氫鍵↑；熔點↑

②電子數↑；熔點↑

③對稱↑；熔點↑

四、實驗步驟：

1、測熔點：

①b 型管

取一隻一端封口，一端開口的毛細管

↓

將待測物磨成細小粉狀

↓

將待測物填入毛細管內，約 0.2~0.3 公分（需堆積密實，可將毛細管置入滴定管上方以自由落體方式往下掉落）

↓

將毛細管與溫度計綁在一起，盡可能使待測物端的毛細管接近溫度計的紅色部分的酒精球或水銀球

↓

取一牛角管（b 型管）內加入矽油或棉子油，油的高度必須高過側管

↓

將綁有毛細管的溫度計置入 b 型管中，深度位於上下側管之間（橡皮筋不可浸入油內）

↓

加熱（加熱位置如下圖）

↓

溫度控制每分鐘上升 1°C

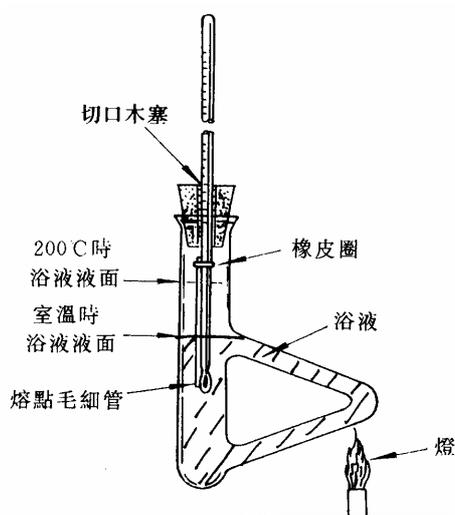
↓

以肉眼觀察毛細管內待測物受熱情形

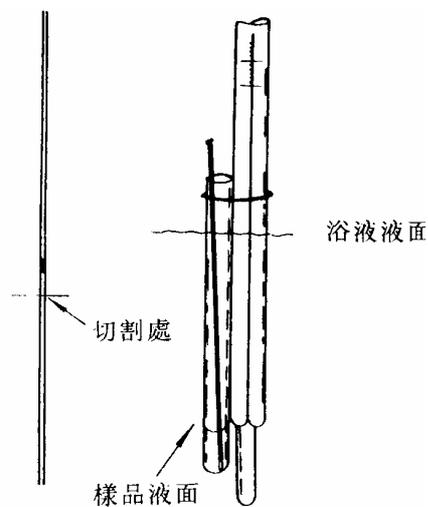
↓

紀錄待測物開始熔時的溫度 $T_1^{\circ}\text{C}$ ；完全熔化時的溫度 $T_2^{\circ}\text{C}$

熔點 (m.p) = $T_1 \sim T_2^{\circ}\text{C}$



b 型管熔點測定裝置



微量沸點測定裝置

② 熔點測定機

取一隻一端封口，一端開口的毛細管

↓

將待測物磨成細小粉狀

↓

將待測物填入毛細管內，約 0.2~0.3 公分（需堆積密實，可將毛細管至入滴定管上方以自由落體方式往下掉落）

↓

將毛細管置入熔點測定機中加熱

↓

透過放大視窗觀察熔化情形

↓

紀錄待測物開始熔時的溫度 $T_1^{\circ}\text{C}$ ；完全熔化時的溫度 $T_2^{\circ}\text{C}$

熔點 (m.p) = $T_1 \sim T_2^{\circ}\text{C}$

2、測沸點：

取一沸點測定管，加入待測物液體約 1 公分高，將毛細管插入管內，閉口端朝上

↓

將沸點測定管與溫度計綁在一起，盡可能使沸點測定管接近溫度計的紅色部分的酒精球或水銀球（如上圖）

↓

加熱（開始有氣泡冒出）

↓

當有大量氣泡時（此時已到達沸點），將火源關閉

↓

紀錄最後一個冒出氣泡時的溫度 $T_1^{\circ}\text{C}$

↓

再緩慢加熱，紀錄第一個冒出氣泡時的溫度 $T_2^{\circ}\text{C}$

沸點 (b.p) = $T_1 \sim T_2^{\circ}\text{C}$

五、實驗儀器：

一端封口毛細管、b 型油管、溫度計、小試管及熔點測定機

熔點測定機：



六、實驗藥品：

Urea 尿素 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$	又名碳醯氨。分子量 60.06，比重 1.23。在人類或其他動物體內分解蛋白質時生成，排出於尿中。1828 年首次從氰酸銨 (NH_4OCN) 合成，是第一個人工合成的有機化合物。尿素是弱鹽味的無色柱狀晶體。熔點 132°C ，頗溶於醇或水，但幾乎不溶於乙醚。弱鹼性，可與酸形成鹽類。醫學上作為利尿劑。
Isopropanol 異丙醇 $(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}$	英文又名 2-propanol。分子量 60.09，脂肪飽和醇類之一，為最簡單的第二醇。依化合物命名法的名稱為 2-丙醇，俗稱異丙醇，可用丙烯行水合反應而得，在工業可由硫酸吸收丙烯再予以水解的方法以及用酸催化劑的氣相接觸水合法等方法製造。為無色具揮發性、易燃性的液體。凝固點 -88.5°C ，沸點 88.23°C ，比重 0.78 ($25/4^\circ\text{C}$)。易溶於水、煙油、含氧有

	機溶劑。含水混合而產生共沸混合物。可作為溶劑、醫藥及防凍劑。
Cinnamic Acid 肉桂酸 $C_6H_5CH=CHCOOH$	又名桂皮酸。分子量 148.15。有順式與反式兩種形態，順式稱為芳香桂皮酸，化性不安定。而一般情形下是以反式形態存在。合成法是將苯甲醛、乙酸酐及乙酸鈉的混合物加熱產生所謂的巴金反應而得。熔點 $133^{\circ}C$ ，沸點 $304^{\circ}C$ 的無色針狀晶體。可溶於乙醇、醚類等。工業上用於香料及化妝品。

七、注意事項：

- 1、加熱過程切忌加熱速度過快，若速度過快將造成實驗誤差。
- 2、在毛細管中熔化過之試樣，因其分子排列已經改變，若再次使用將會出現實驗誤差，使實驗數據再現性不高，故不宜再次使用。
- 3、綁毛細管之橡皮筋不可浸入油內，以免過度受熱而使之斷裂，造成毛細管沒入油中。

八、實驗問題：

- 1、熔化過的試樣為何不能用來再測熔點？
- 2、試述微量沸點測定實驗，應如何紀錄溫度？
- 3、試說明影響熔點高低之可能因素？

測熔點及沸點 實驗報告

學系： 姓名： 學號： 組別： 日期：

數據及結果：

1、純化合物熔點：

化合物名稱	油浴測定	機器測定	校正熔點	文獻熔點
尿素				
肉桂酸				

2、混合物熔點——混合物名稱：

混合物比例	1：4	1：1	4：1
校正熔點			

3、純化合物沸點：

化合物名稱	油浴測定	校正沸點	文獻沸點
異丙醇			

4、未知物鑑定

測定熔點	校正熔點	分子式	可能的化合物
測定沸點	校正沸點	分子式	可能的化合物