

## 五、熔點測定

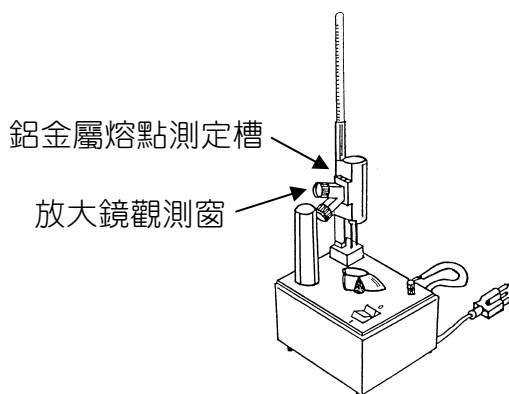


圖 5-1 電熱式熔點測定儀

### 一、原理：

當固態純物質緩慢受熱，由固體完全轉變成為液體的溫度範圍稱為熔點（melting point）。當純的固體熔化時，開始熔化之溫度與完全熔化之溫度差異應該不超過  $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ；不純的物質其熔點較低而且溫差範圍較大，因此利用物質的熔點測定，可輔助鑑定物質的結構以及純度。熔點是純物質的重要物理特性之一，相同的物質在定壓下應具有相同的熔點。但是，不同的物質也可能具有相同的熔點，因此僅靠熔點的數值來確認物質的結構容易出錯，這種狀況可以用混熔法來確認。混熔法是將物質與另一已知物以約 1:1 的比例，磨合均勻之後，測其熔點，如果熔點下降且範圍變寬，則兩者必不相同，否則就是相同的物質。

### 二、器材：

實驗器材包含：研鉢、稱藥紙、藥杓、中空玻璃管、毛細管以及電熱式熔點測定儀（如圖 5-1 所示）。

電熱式熔點測定儀

這個測定裝置包括一個電熱式的鋁金屬熔點測定槽，可以同時放入三支毛細

管；用來觀測試樣變化的放大鏡觀測窗、測量溫度的溫度計、電源開關、以及電壓調控鈕以調整加熱速度與溫度。

### 三、實驗操作：

#### (一) 準備試樣

測定熔點所需要的試樣極少，取少量的固體試樣置於一稱量紙上，將稱量紙摺疊而讓固體夾在中間，再以錐形瓶底部或其他可利用之硬物將固體壓成粉末狀。如果試樣為大而堅硬的顆粒，或者是兩種固體試樣需要混合均勻時，則可使用研鉢研磨成為細而均勻之粉末。受潮的試樣需要事先乾燥，否則會影響熔點測定之準確性。

#### (二) 填充毛細管

取一支一端封口的毛細管，以開口端插入試樣粉末堆中，一些粉末會卡入開口端。取出毛細管，用衛生紙將沾黏在外壁的試樣擦拭乾淨。取一支長約 60 cm 的中空玻璃管，一端放置在堅硬的桌面上，將毛細管的封口端向下，開口端朝上，自玻璃管的上端放入，讓毛細管在堅硬的桌面上彈震，使在開口端的試樣落入底部，如此反覆數次，使毛細管中的試樣緊密堆積在毛細管的底端。毛細管中的試樣不要超過 2~3 mm。因為填充過多的試樣，加熱過程中會因最底部的試樣與最上層試樣受熱不均勻，而使得熔點範圍增大，誤差增加。完成填充的毛細管，以紙巾將外壁再擦拭一次，以免樣品粉末污染測定儀器以及影響熔點的判斷。

#### (三) 熔點測定

##### 1. 檢查測定儀

測定試樣熔點之前，首先檢查試樣槽是乾淨且沒有雜物，再將校正後的水銀溫度計安置於溫度計放置槽中。檢查電壓調控鈕已歸零，再接上電源插座，打開電源開關。

##### 2. 加熱

將一支含有試樣的毛細管放入測定槽。利用熔點測定儀的放大鏡觀測窗觀測毛細管內是否堆積緊密。轉動電壓調控鈕，以適當的速度加熱。本實驗室之熔點測定儀，加熱速度與電壓設定之關係圖如圖 5-2 所示。

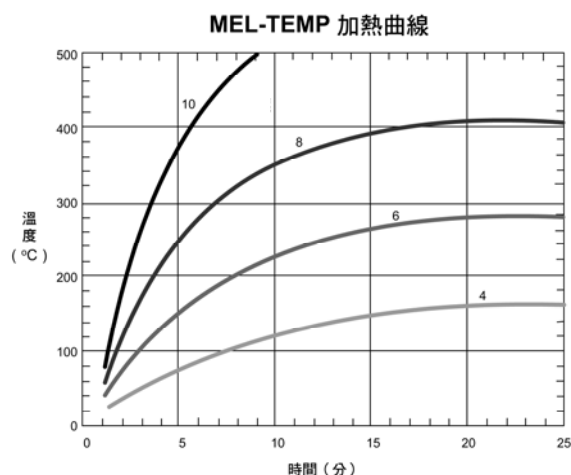


圖 5-2 MEL-TEMP II 電熱式熔點測定儀加熱溫度曲線

當設定值愈大，加熱速度愈快。加熱速度是測量熔點準確與否的關鍵，如果加熱的速度過快，加熱不均的狀況就會特別嚴重，在毛細管中不同位置的試樣感受到的溫度不同，物理變化也就不同；溫度計的汞球也會因為加熱過快而來不及達到溫度平衡。因此在剛開始使用熔點測定儀加熱時，可以用較快的加熱速度進行，以節省時間；接近熔點範圍時，加熱應特別緩慢，以求得精確的測量。可以同時準備兩支毛細管試樣，第一次用較快速度加熱，例如使用每分鐘約上升 5 度左右的加熱速度，得到一個粗略的熔點範圍。關閉加熱旋鈕，讓儀器自然散熱降溫。由於已測過熔點的毛細管，因試樣經過熔化，可能已分解或晶形改變而熔點不同，不宜再使用。因此，觀察溫度降到較粗估熔點低約 15 度後，再置入第二支毛細管，進行第二次量測。調整加熱速度為每分鐘上升 2 度，當與熔點相差 2 到 4 度時，再降低至每分鐘只升高 1 度，甚至於更慢。總之，越接近熔點時，加熱速度應該越慢。

### 3. 觀察與記錄

加熱過程中，由放大鏡觀測窗觀察試樣，自溫度計讀取溫度。當溫度升高至約物質熔點時，會發現固體首先變濕潤，然後會有液體凝聚成的小液滴出現在底部，記錄毛細管中剛有液滴出現時的初熔溫度。隨著溫度升高，液滴範圍慢慢擴大，直到固體剛好完全消失，完成熔點測量。記錄樣品完全熔化的全熔溫度，這兩個溫度就是熔點範圍。

#### (四) 實驗結束處理

熔點測定完成後，關閉加熱旋鈕，關閉電源，讓儀器自然散熱降溫。用過之毛細管則棄置於回收桶中。

#### (五) 實驗注意事項

1. 進行熔點測定時，待測固體試樣應研磨成細而均勻之粉末。
2. 使用乾淨毛細管裝填試樣，毛細管不應含有水氣或灰塵等。
3. 毛細管中試樣須填充緊密，試樣高度約為 2~3 mm。
4. 如果試樣為容易昇華的固體，則毛細管兩端都要封閉。
5. 檢查並且保持熔點測定儀之試樣槽乾淨。
6. 測定所用溫度計應時常校正。
7. 測定未知物，應準備兩支毛細管試樣，先測得粗略熔點範圍，再使用第二支毛細管進行第二次精確量測。
8. 熔點測定儀加熱使用後，應讓其自然散熱降溫，不可以灑水等其他方式加速降溫，以免造成儀器損壞。
9. 用過的毛細管棄置於回收桶中。若有任何斷裂於試樣槽的毛細管或溫度計，應儘速清理乾淨。如果不知道該如何清理，請儘速請教老師。

#### 四、參考資料：

1. Adams, R.; Johnson, J. R.; Wilcox, Jr. C. F. *Laboratory Experiments in Organic Chemistry*, 6<sup>th</sup> ed.; Macmillan: New York, 1970.
2. Vogel, A. *Vogel's Textbook of Practical Organic Chemistry*, 4th ed.; Longman: New York, 1978.
3. Pavia, D. L.; Lampman, G. M.; Kriz, G. S. *Introduction to Organic Laboratory Techniques: a Contemporary Approach*; Saunders College Publishing: New York, 1976.
4. Shugar, G. J.; Shugar, R. A.; Bauman, L.; Bauman, R. S. *Chemical Technicians' Ready Reference Handbook*; 2nd. ed.; McGraw-Hill Book Co.: New York, 1981.