

有机化合物的物理常数测定基本操作规范建议

熊英^{1,*}, 余广鳌^{2,*}, 吴琳^{3,*}, 刘庆文^{4,*}, 李厚金⁵, 蔡双莲⁶, 刘占祥⁷, 孙兴文⁸, 郑媛⁹, 韩杰¹⁰, 杜欣¹¹, 袁呈山¹², 张奇涵¹³, 张剑荣³, 张树永¹⁴

¹ 武汉大学化学与分子科学学院, 化学国家级实验教学示范中心(武汉大学), 武汉 430072

² 华中师范大学化学学院, 化学国家级实验教学示范中心(华中师范大学), 绿色农药全国重点实验室, 武汉 430079

³ 南京大学化学化工学院, 化学国家级实验教学示范中心(南京大学), 南京 210023

⁴ 吉林大学化学学院, 化学国家级实验教学示范中心(吉林大学), 长春 130023

⁵ 中山大学化学学院, 广州 510006

⁶ 湖南大学化学化工学院, 长沙 410082

⁷ 浙江大学化学系, 化学国家级实验教学示范中心(浙江大学), 杭州 310058

⁸ 复旦大学化学系, 化学国家级实验教学示范中心(复旦大学), 上海 200433

⁹ 中国科学技术大学化学与材料科学学院, 化学国家级实验教学示范中心(中国科学技术大学), 合肥 230026

¹⁰ 南开大学化学学院, 化学国家级实验教学示范中心(南开大学), 天津 300071

¹¹ 大连理工大学化学学院, 辽宁 大连 116024

¹² 兰州大学化学化工学院, 兰州 730000

¹³ 北京大学化学与分子工程学院, 化学国家级实验教学示范中心(北京大学), 北京 100871

¹⁴ 山东大学化学与化工学院, 济南 250100

摘要: 物理常数作为鉴定有机化合物及其纯度的重要依据, 其准确测定也是有机化学实验教学的主要内容。本文主要介绍物理常数中熔点、沸点、折射率和比旋光度测定的作用、基本原理、常用方法、操作规范及实验注意事项等, 并简要介绍了一些新的仪器测定方法, 希望能为从事化学实验教学及科研的国内同行提供参考。

关键词: 有机化学实验; 物理常数测定; 操作规范

中图分类号: G64; O6

Basic Operations and Specification Suggestions for Determination of Physical Constants of Organic Compounds

Ying Xiong^{1,*}, Guangao Yu^{2,*}, Lin Wu^{3,*}, Qingwen Liu^{4,*}, Houjin Li⁵, Shuanglian Cai⁶, Zhanxiang Liu⁷, Xingwen Sun⁸, Yuan Zheng⁹, Jie Han¹⁰, Xin Du¹¹, Chengshan Yuan¹², Qihan Zhang¹³, Jianrong Zhang³, Shuyong Zhang¹⁴

¹ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Wuhan University), College of Chemistry and Molecular Sciences, Wuhan University, Wuhan 430072, China.

² National Key Laboratory of Green Pesticide, National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Central China Normal University), College of Chemistry, Central China Normal University, Wuhan 430079, China.

收稿: 2025-03-20; 录用: 2025-04-17; 网络发表: 2025-05-08

*通讯作者, Emails: yingxiong@whu.edu.cn (熊英); yuguang@mail.ccnu.edu.cn (余广鳌); wulin@nju.edu.cn (吴琳); liuqw@jlu.edu.cn (刘庆文)

基金资助: 武汉大学本科教育质量建设综合改革项目; 中央高校基础科研业务费专项资金-科研成果转化实验教学内容类项目 (CCNU23KYZHSY05); “教育部化学实验教学改革研究虚拟教研室”项目

- ³ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Nanjing University), School of Chemistry and Chemical Engineering, Nanjing University, Nanjing 210023, China.
- ⁴ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Jilin University), College of Chemistry, Jilin University, Changchun 130023, China.
- ⁵ School of Chemistry, Sun Yat-Sen University, Guangzhou 510006, China.
- ⁶ College of Chemistry and Chemical Engineering, Hunan University, Changsha 410082, China.
- ⁷ National Demonstration Center for Experimental Chemistry (Zhejiang University), Department of Chemistry, Zhejiang University, Hangzhou 310058, China.
- ⁸ National Demonstration Center for Experimental Chemistry (Fudan University), Department of Chemistry, Fudan University, Shanghai 200433, China.
- ⁹ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (University of Science and Technology of China), School of Chemistry and Materials Science, University of Science and Technology of China; Hefei 230026, China.
- ¹⁰ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Nankai University), College of Chemistry, Nankai University, Tianjin 300071, China.
- ¹¹ School of Chemistry, Dalian University of Technology, Dalian 116024, Liaoning Province, China.
- ¹² College of Chemistry and Chemical Engineering, Lanzhou University, Lanzhou 730000, China.
- ¹³ National Demonstration Center for Experimental Chemistry Education (Peking University), College of Chemistry and Molecular Engineering, Peking University, Beijing 100871, China.
- ¹⁴ School of Chemistry and Chemical Engineering, Shandong University, Jinan 250100, China.

Abstract: Physical constants serve as crucial indicators for identifying organic compounds and assessing their purity, with their precise determination constituting a fundamental aspect of organic chemistry experimental education. This paper comprehensively examines the significance, underlying principles, standard methodologies, operational protocols, and experimental considerations associated with the determination of key physical constants, including melting point, boiling point, refractive index, and specific rotation. Additionally, it provides an overview of contemporary instrumental techniques employed in these measurements. The authors aim to offer valuable insights and practical guidance for chemistry educators and researchers engaged in experimental teaching and scientific investigation.

Key Words: Organic chemistry experiment; Determination of physical constant; Operation standard

有机化合物的结构鉴定及表征是有机合成化学实验的重要内容。有机化合物经合成、分离或初步纯化，再经精制以后可以得到更为纯净的化合物。对于已知物质的鉴定及纯度分析常通过测定其物理常数以作初步或定性判定，这是在基础化学实验教学和科研中比较快速和实用的办法。但是由于各高校选用的实验教材和已有实验设备的不同，对实验基本操作规范和实验数据的处理要求存在差异。特别是近年来，一些经典的实验方法和测试仪器逐渐被更加便捷智能的仪器所代替，有些经典的测定方法在实际教学和科研中已较少运用。针对以上情况，化学“101计划”《基础化学实验》教材编写组、教育部化学实验教学改革创新虚拟教研室有机化学实验操作规范建设小组^[1-6]在充分讨论的基础上形成本操作规范建议。本文主要对物理常数(如熔点、沸点、折射率和比旋光度)测定常用方法的基本操作规范进行了详细介绍，并简要介绍了一些新的仪器测定方法，希望能为从事化学实验教学和科研的国内同行提供参考。

1 熔点的测定

1.1 熔点的定义及熔点测定的作用

熔点(melting point)是化合物的一个重要物理常数。熔点按照严格的定义，是晶体物质在一个大气压下达达到固-液两态平衡时的温度。纯净的晶体化合物，一般都有固定而敏锐的熔点，固-液两相之间的变化是非常敏锐的，初熔至全熔的温度差(熔距)一般不超过1 °C。但如混有少量杂质则其熔点下降，且熔距也会增大。因此准确测定晶体化合物的熔点具有以下作用：① 粗略地鉴定晶体样

品；② 定性确定化合物是否纯净；③ 确定两个晶体样品是否为同一化合物(将两种晶体按不同的比例混合研细测定熔点，若测定结果相同，则说明该两种晶体为同一化合物；如测定结果比单一晶体的熔点下降，则说明是不同的化合物)。

1.2 熔点测定的基本原理

对晶体加热，在一个大气压下达固-液平衡时，晶体熔化，出现看得见的液滴，此时的温度即为晶体化合物的熔点。若晶体A中含有少量杂质B，当晶体A受热升温时，一定比例的A和B首先熔融而进入液相，此时的温度即为晶体A的初熔点。由于杂质B的含量远少于A，随着温度的升高，当B全部进入液相后，A仍将继续不断地进入液相，当A也全部进入溶液时，晶体全熔。晶体A从初熔到全熔经历了一个温度区间，因此熔点一般表示为从初熔到全熔的温度范围，而初熔点与全熔点的差值则称为熔距。例如，某含杂质的晶体在119 °C初熔，在123 °C全熔，则其熔点为119–123 °C，熔距为4 °C。纯净化合物的熔距很短，一般不超过1 °C，有的甚至只有几十分之一度，可以近似地看作一个温度点。当晶体物质中混有少量杂质时，不但熔点下降，熔距也会变长。

在某些情况下(如形成低共熔物时)，熔点的下降趋势可能发生变化，但这都是在杂质含量较大的情况下发生的。对于一般经过纯化后的晶体样品，在杂质含量较少的情况下(5%以下)，熔点的下降和熔距变长的趋势较稳定；但在某些特殊情况下，如共熔体系的形成，熔点可能出现不同于常规杂质效应的变化。

1.3 熔点测定的方法和装置

测定熔点的方法大体上可分为毛细管法和显微熔点测定法。毛细管法是将少量晶体样品研细后装入毛细管中，再对毛细管中的样品加热，观察并记录样品熔化的情况。显微熔点测定法是将微量样品夹在两片载玻片之间，放置在电热台上加热，通过显微镜观察样品的晶形变化及熔化的情况。

1.3.1 毛细管法

毛细管法测定熔点所用的装置有多种，如提勒管法测定熔点、电热熔点仪测定熔点以及视频熔点仪(或全自动数字熔点仪)测定熔点等。测定熔点的经典装置是使用提勒管(Thiele tube, 也称作b形管)来测量，提勒管不仅可以用来测定熔点，也可以用来测定沸点。因此使用提勒管测定熔点的装置与微量法测定沸点的装置相似，所不同的是在测定熔点时使用熔点管。其主要缺点是提勒管中加入的载热液体的热稳定性及沸点高低限制了熔点测定值的上限，同时在测定过程中还可能存在着看不清发生的晶形变化以及后期需处理载热废液的问题。因此，提勒管法在实际使用中已逐渐被其它熔点测定仪(图1)所代替^[7]。

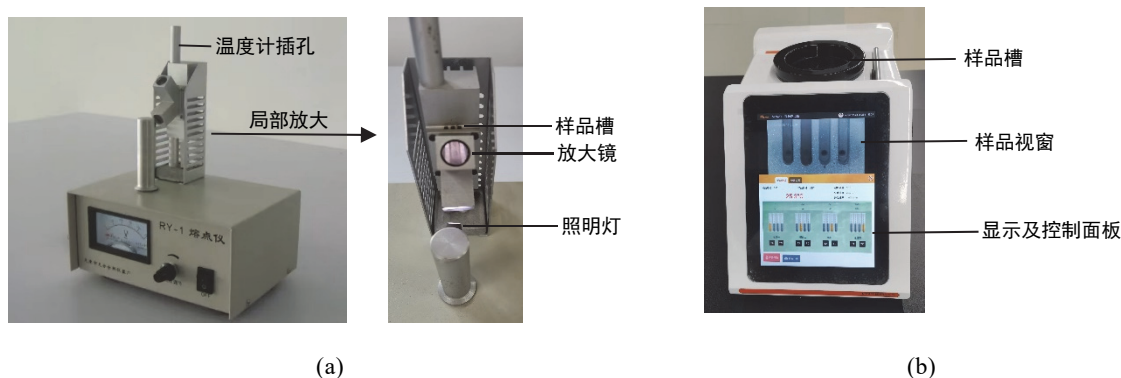


图1 熔点测定装置

(a) RY-1电热熔点仪；(b) 海能MP420视频熔点仪

(1) 电热熔点仪

电热熔点仪测定熔点的装置如图1a所示。测定时首先将装有样品的毛细管插入样品槽中，电加

热毛细管中的样品，升温速度通过调节电压大小来控制，利用放大镜观察样品熔化过程。样品槽有三个插孔，可同时插入三个熔点相差较大的毛细管，按熔点高低依次测定。

(2) 视频熔点仪

目前用视频熔点仪(图1b)来测量熔点更为便捷。视频熔点仪通过观察窗8倍放大样品测试室，能实时高清显示样品变化，并自动记录相应初熔和全熔温度。样品槽有4个插孔，可同时测试4个样品。视频熔点仪不仅升温降温速度快，而且还可以通过参数设置准确控制升温速率，保证测试结果的稳定可靠。由于样品测试室采用硅油加热，因此测试熔点的适用范围为300 °C以下。

(3) 数字熔点仪

数字熔点仪采用光电检测及数字温度显示等技术，自动显示初熔和全熔温度，无需人眼观察，比传统目视法具有更高的精度和客观性，也是目前实验室中使用较多的熔点仪。

其工作原理如下：仪器通过加热台对样品进行程序控温加热。当样品处于固态时，其透光性较差；当样品受热熔化时透光性增强。光电传感器将接收到的光强度变化(光信号)转换为相应的电信号，当系统检测到透光率显著变化时，同步自动记录相应的温度。

1.3.2 显微熔点测定法

显微熔点测定仪是在普通显微镜的载物台上装置一个电加热台，微量样品被夹在两片18 mm × 18 mm见方的载玻片之间，放置在电热台上加热。装温度计的金属套管水平地装置于电加热台侧面。观察温度变化并通过显微镜观察样品的晶形变化。当晶体棱角开始变圆时即为初熔；当晶体刚刚全部消失，变为透明液体时即为全熔。在此过程中可能会相伴产生其他现象，如晶形改变等，都要详细记录。现代显微熔点测定仪通常配备数字显示功能，能够直接显示熔点测试结果。

表1比较了不同熔点测定装置(或方法)的特点与优劣。

表1 不同熔点测定装置(或方法)的特点与优劣

方法	装置	优点	缺点
毛细管法	提勒管	装置简单、经济； 每次测定1个样品	操作较复杂，测定时间长； 观察较困难，需处理载热废液
	电热熔点仪	通过调节电压控制升温速率，操作较简便； 通过放大镜观察熔化过程，视野较清晰； 可依次测定3个不同样品，效率较高	测定时间长(每次约20 min)； 熔点误差较大
	视频熔点仪	样品细节8倍放大，视野清晰； 升降温快，测定时间短(每次约10 min)； 准确控制升温速率，自动记录数据，测定误差小； 可同时测定4个样品，效率高	仪器价格较贵
	数字熔点仪	准确控制升温速率，升降温快，测定时间短； 无需人眼观察，自动记录数据，人为误差小	仪器价格较贵
显微熔点测定法	显微熔点仪	样品用量少(2-3颗小晶粒)，视野清晰； 可观察晶型的变化过程，熔点误差小； 每次测定1个样品	测定时间长； 仪器价格较贵

1.4 熔点测定的实验步骤

毛细管法测熔点在实验教学中运用较多，下面主要介绍以电热熔点仪和视频熔点仪测定熔点的实验步骤。

1.4.1 电热熔点仪测定熔点

(1) 仪器准备。包括熔点毛细管(或熔点管)和水银温度计(温度计量程应高于熔点温度30 °C以上,装入熔点仪)。

(2) 装样。取充分干燥的固体样品少许,置于干燥洁净的表面皿上,用玻璃钉或不锈钢刮铲将其研成细粉,拢成一个小堆,把熔点毛细管开口端向下插入样品堆中,即有一部分样品进入熔点管开口端。把熔点管倒过来使开口端向上,使其从一根竖立立于实验台上、长约40 cm的内壁洁净干燥的玻璃管上口落下,样品粉末即震落于熔点管底部。再将熔点管倒过来使开口端向下,重新插入样品堆中并重复以上操作。经数次之后,再使熔点管在玻璃管中多次落下,以使样品装填紧实,直至熔点管底部的样品达到一定高度,装样高度一般达2–3 mm (不同仪器装样高度要求可能不一致,如有的要求3–4 mm等)。最后用卫生纸将熔点管外壁的固体粉末擦净。

(3) 测定和记录。打开熔点仪电源开关(图1a),照明灯亮。通过放大镜可以看见3个样品槽。将装有样品的毛细管插入任一样品槽中,增大电压开始加热。刚开始加热速度可稍快,每分钟上升2–3 °C;当温度升至样品熔点以下10–15 °C时,减慢加热速度使每分钟上升1 °C;在接近熔点时加热速度宜更慢。正确控制加热速度是测定结果准确与否的关键。因为传热需要时间,如果加热太快,来不及建立平衡,会使测定结果偏高,而且看不清在熔融过程中样品的变化情况。

样品中出现第一滴可以看得见的液珠时的温度即为初熔点;样品刚刚全部变得均一透明时的温度即为全熔点。在初熔之前还往往会出现萎缩、塌陷等情况,也需详细记录。例如,样品在154 °C开始萎缩,155.5 °C初熔,156.5 °C全熔,可记为:熔点155.5–156.5 °C (154 °C萎缩)。读数时视线应与温度计汞线上端相平齐,以免造成视差。

每测完一次后将电压调至最小,将熔点管取出放入废物缸。待温度计示数下降至熔点以下约20 °C后,重新插入一支新的已装好样品的熔点管做下一次测定。勿用原来的熔点管做第二次测定,因为样品重新凝固后晶态有所改变,不能再现前一次的测定结果。

如果两次测得的结果差异较大,需要测第三次,直至两次测定结果平行。

当需要测定几个不同样品的熔点时,应按照熔点由低到高的顺序依次测定,因为等待温度下降需要较长的时间。如果几个不同样品的熔点相差较大,可同时放入3个不同样品依次测量。测定未知物的熔点时,可用较快的升温速度先粗测一次,确定熔点的大致范围后,再按照已知样品方法做精确测定。如果样品易于升华,在装好样品后可将熔点管的开口端也用小火熔封,然后测定。

测定工作全部结束后,将电压调至最小,关闭电源。待温度计冷至接近室温时,再取出温度计。在测定还未全部完成或测定刚结束时,切不可将热的温度计取出或直接用水冲洗,否则可能造成温度计炸裂。

1.4.2 视频熔点仪测定熔点

(1) 装样。取充分干燥的固体样品少许,将样品研碎后装入标准毛细管,撒实。样品高度为2–3 mm。

(2) 开机操作。打开仪器背面电源开关(图1b),点击“参数设置”,设置起始温度和终止温度;编辑“样品编号”和“样品名称”,点击确定。

(3) 点击“手动测试”,仪器开始升温至起始温度,待温度稳定在起始温度后,仪器发出报警声(可关闭),将准备好的装有样品的毛细管插入样品测试通道内(样品槽),待下方“开始升温”字样变为深红色后点击,开始测试。

(4) 仔细观察可视窗口毛细管里的样品的变化,待样品初熔时点击对应通道下的初熔“TA”,待样品全熔化成液体时点击对应通道下的终熔“TC”,仪器会自动记录通道内初、终熔点的数值;待4个通道内的样品全部测完后,点击“停止升温”“保存”,该组初、终熔点数值保存在“数据”里。

(5) 点击窗口左上“三”工具栏,选择“数据”,勾选所需数据后点击“详细”,可读取数据。

(6) 拔出标准毛细管, 即测试完成; 再点击“三”工具栏, 选择“测试”, 按照步骤(2)–(4)测试下一组样品。

(7) 关机操作: 测试结束后, 点击“参数设置”, 在“调用方法”中选择“关机”, 点击确定, 待温度降至30 °C后, 关闭电源。

1.4.3 实验注意事项

(1) 影响测试结果的两个主要因素是样品的干燥程度及升温速率。样品不干燥会导致测得的熔点偏低; 而升温速度过快则会导致测得的熔点偏高, 熔距增大。因此, 测试前样品一定要充分干燥, 同时保证在接近熔点温度时有较慢的升温速率。

(2) 毛细管法测定熔点时, 样品一定要碾碎, 装样量不能太多, 也不能太少。装样太多, 会导致熔距偏大(或数字熔点仪无法显示全熔温度)。装样太少又不宜观察样品熔化情况(或数字熔点仪因样品太少光直接透过不会显示熔点结果)。

(3) 用毛细管装样时, 样品要撒实, 否则不易传热, 造成熔点偏高, 熔距增大。并注意将毛细管外壁擦干净。

(4) 测定时应注意选择管壁厚度合适的毛细管, 如果毛细管管壁偏厚, 会导致测得的熔点偏高。

(5) 用提勒管和电热熔点仪测定熔点时, 由于眼睛在观察样品熔化情况和记录温度计读数之间的时间差较大, 当升温速率较快时, 测定的熔点误差较大。

(6) 对于在熔点附近稳定性较差的样品, 升温速度不宜太慢。

(7) 在使用水银温度计时, 要特别注意保护, 以免温度计破裂水银洒出而引起危害。如操作不慎导致水银洒落在实验台面或地面时, 应及时做以下处理: 先将可见的水银颗粒尽量收集起来, 放入装有水的密闭容器中, 再将不易收集的细小水银颗粒用硫粉覆盖数小时后清理。

(8) 实验室中使用的普通温度计大多数没有经过校正, 在使用时偏差1–2 °C的情况很常见, 因此熔点测定值在与文献值比较时也会出现1–2 °C偏差。在实际应用中, 如果温度计的偏差不大, 并且对于温度测量的精确度要求较为粗略时, 一般不需要校正。要求精确测定温度时, 就需要对所用的温度计进行校正。

2 沸点的测定

在一定压力下, 纯净的液体有机化合物具有固定的沸点(boiling point)。但必须注意的是, 有固定沸点的化合物不一定为纯净化合物, 如普通酒精(沸点78.2 °C)是95.6%乙醇和4.4%水形成的共沸混合物。沸点的测定可以通过常量法或微量法来测定。常量法是通过蒸馏来测定液体的沸点。蒸馏是有机化学实验中常用的一种分离纯化技术, 它不仅可以起到纯化有机液体的作用, 也可以用来确定液体的沸点(气液平衡时, 蒸馏头处温度计的读数)。常量法所需样品量较大, 通过蒸馏确定其沸点的操作请参考相关实验操作规范。而微量法用于测定液体的沸点, 具有所需样品量少、操作简便、结果准确等优点, 以下主要介绍微量法测定液体沸点的基本原理和实验操作。

2.1 沸点的定义及沸点测定的作用

当液态物质受热时, 由于分子运动使其从液体表面逃逸出来, 形成蒸气压。随着温度升高, 蒸气压增大, 待蒸气压与外界压强(大气压或所给压强)相等时, 液体沸腾, 这时的温度称为该液体的沸点。所以, 液体的沸点除与物质本身有关外, 还与外界压强有关。通常所说的液体的沸点, 是指在一个大气压下液体沸腾时的温度。若某液体样品A中含有少量易挥发液体杂质B(二元共混体系, 不形成共沸物)时, 对该液体加热, 由于杂质B易挥发, 因而B分子易于脱离液相而进入气相, 气相中低沸点组分的含量增加, 因此液体开始沸腾的温度较纯净液体样品时低。如果是通过蒸馏纯化该液体样品, 随着蒸馏的进行, 低沸点组分的含量在馏出液中不断增加, 沸点会不断升高直至蒸馏出全部低沸物后达液体A的沸点。因此, 含有易挥发杂质的液体在蒸馏初期会出现沸点下降→升高→稳定的过程, 所以通过测定沸点可以初步判断化合物的种类或纯度。

2.2 微量法测定沸点的基本原理

液体沸腾时，其饱和蒸气压等于施加于液面的外部压强。如果一端封闭的毛细管开口朝下，插入液体中，当液体被加热到沸点时，管中被蒸汽充满，管内蒸气压被施加于液面上的大气压抵消。如果温度高于沸点，则管内有气泡逸出；若温度低于沸点，则液体被压入管中。实验中，通过观察最后一个气泡出现欲缩回到管内的瞬间温度，即是该物质的沸点^[8]。

2.3 微量法测定沸点的仪器及装置类型

微量法测定沸点的主要仪器包括提勒管、沸点管和温度计。沸点管由外管和内管组成，并用橡皮圈将其固定在温度计旁(图2)。

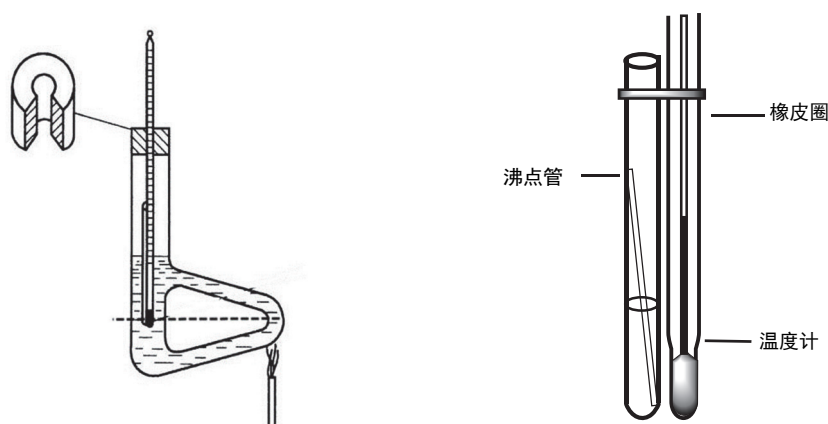


图2 微量法测定沸点的装置示意图

2.3.1 仪器

玻璃仪器：沸点管外管、一端封口毛细管、提勒管、温度计及温度计套管、烧杯、酒精灯。

辅助仪器：缺口橡胶塞、铁架台、十字夹、铁夹、电磁加热搅拌器、棉线、铁棒、橡皮圈。

2.3.2 仪器选择和使用说明

(1) 沸点管

沸点管由外管和内管组成，外管为长8–10 cm、内径0.5 cm的一端封口玻璃管，内管用市售的一端封口的毛细管截取6–7 cm而成。沸点管必须干净，内管也须封好上口。

(2) 提勒管

提勒管中装入载热液体，液体高度稍高于上交接口上缘处。温度计插入其中，其水银球位于提勒管上下两叉管口之间，装好样品的沸点管固定于温度计下端，使液体样品与温度计水银球平齐。用酒精灯外焰在提勒管的弯曲部分进行加热，受热的溶液沿管上升运动，从而促成整个提勒管内溶液呈对流循环，使得温度均匀。

(3) 加热热源：依据已有实验器材选择不同的加热热源。

酒精灯：若用提勒管作为热浴的容器，则选择酒精灯，用外焰在提勒管的弯曲部分加热。使用时要求酒精灯灯体无破损；酒精灯内酒精量不少于1/4且不高出2/3；灯芯应浸润酒精且不宜太短，一般高出灯体0.3–0.5 cm。若灯芯顶端不平或烧焦则用剪刀剪平。点燃酒精灯：取下酒精灯灯帽，使用火柴或打火机点燃灯芯。绝对禁止用一个燃着的酒精灯去点燃另一个酒精灯。加热前应对提勒管预热：用手拿着点燃的酒精灯在提勒管弯曲部分来回移动。酒精灯使用完后用灯帽盖住熄灭，禁止用嘴去吹灭。熄灭酒精灯后应再提一下灯帽，方便下次使用时打开。

电磁加热搅拌器：若没有提勒管的情况下，使用烧杯作为热浴的容器，则需要选择电磁加热搅拌器对烧杯进行加热。加热时，应在烧杯中加入搅拌磁子，防止液体暴沸。

(4) 载热液体

载热液体的选择视所需温度而定，但必须是受热时较为稳定，不易燃的液体。

温度小于140 °C，可用液体石蜡或甘油(液体石蜡可加热至220 °C仍不变色)。

温度大于140 °C小于250 °C，可用浓硫酸。温度超过250 °C，浓硫酸产生白烟，会妨碍温度的读数。

温度大于250 °C，可用浓硫酸与硫酸钾的混合物、磷酸以及硅油。

如所测的液体样品是无水乙醇，沸点在78 °C左右，所以可选用甘油作为载热液体。

2.3.3 仪器安装

(1) 沸点管和温度计的安装

取洁净的沸点管和一端封口毛细管，将毛细管截短，保证6–7 cm长，开口端向下、封口端向上放入沸点管中。用橡皮圈将沸点管与温度计扎紧，如图2所示。

(2) 装置类型

① 在铁架台上安装十字夹(两个凹口方向要求向上向前)、管夹，将提勒管夹在管夹中。然后用带缺口的橡皮塞将带有沸点管的温度计固定在提勒管中，调节温度计和沸点管位置，避免橡胶圈接触到提勒管内液体，同时也要避免温度计和沸点管接触到提勒管壁。否则温度计所测温度为提勒管壁的温度和沸点管附近的液体温度，即所测温度并非待测样品的沸点。并使温度计刻度面向操作者(图3a)。

固定温度计也可以通过温度计套管来实现，用铁夹夹住温度计套管，通过调节温度计套管的位置来调节温度计和沸点管的位置(图3b)。

固定温度计还可以通过以下方式来实现：用棉线穿过温度计上端小孔，在铁架台上端用十字夹固定一根铁棒，然后将棉线捆绑在铁棒上，通过控制铁棒的高度来调节温度计和沸点管在提勒管中的位置(图3c)。

② 在没有提勒管的情况下，可以选择用加入搅拌磁子的烧杯来作为载热容器。首先在铁架台底座上放电磁加热搅拌器，然后放上烧杯，通过十字夹、铁夹固定温度计套管来调节温度计和沸点管在烧杯中的位置，避免橡胶圈接触烧杯中的导热液体，同时也要避免温度计和沸点管接触到烧杯壁(图3d)。

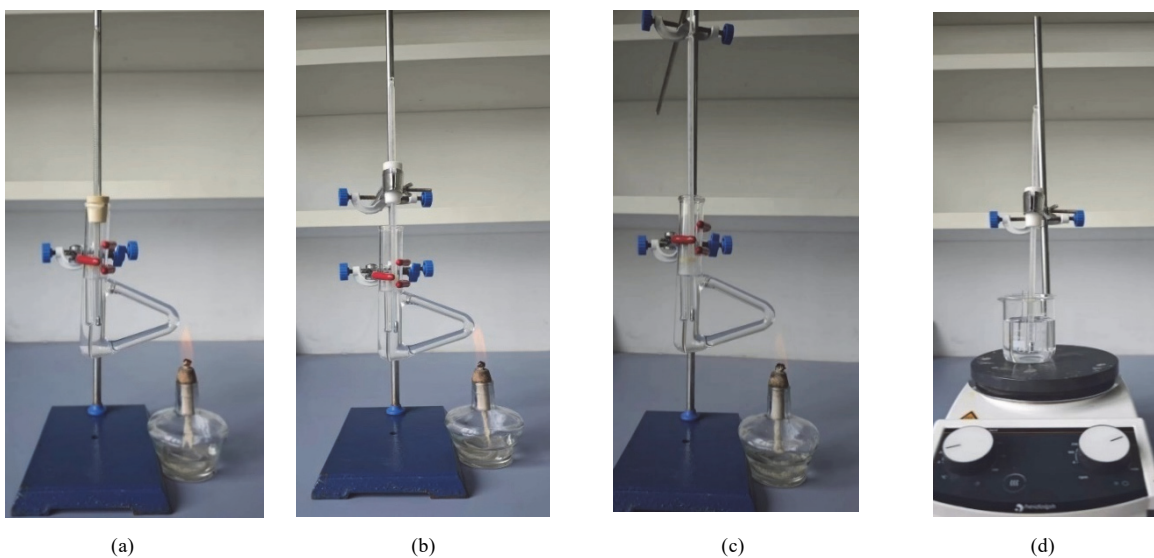


图3 微量法测定沸点的装置图

(a) 带缺口橡皮塞固定温度计；(b) 温度计套管固定温度计；(c) 棉线-铁棒固定温度计；(d) 烧杯作载热液体的容器

2.3.4 加料

把甘油倒入提勒管中,使甘油液面稍高于提勒管上交汇口上缘位置;如果用烧杯作容器,则使甘油注入到烧杯容积的1/3到2/3。向沸点管中加入0.8–1 cm高的被测液体。每次测定完毕后,如果需要再次测沸点,则需要将沸点管洗净烘干,更换毛细管,再重新实验。

2.3.5 测定沸点

沸点测定的关键之一就是控制加热速度,当液体样品受热汽化,使沸腾温度与温度计所示温度一致。

第一次测定:快速升温,确定液体的大致沸点。向沸点管中加入0.8–1 cm高的被测液体,在快速加热下,由于气体膨胀,内管中会有小气泡缓缓逸出,当温度升到比沸点稍高时,内管会有一连串小气泡快速逸出。这时停止加热,使液体自行冷却,气泡逸出速度逐渐减慢。在最后一个气泡出现而刚欲缩回内管时的瞬间,立即记录温度,此时的温度即为该液体的大致沸点。

第二次测定:待热浴的温度下降至接近室温,把沸点管洗净、烘干,更换一根干净的毛细管,向沸点管中加入0.8–1 cm高的被测液体。此时应缓慢加热,使温度徐徐上升,以每分钟上升约1–2 °C为宜。一般可在加热途中,试着将热源移去,观察温度是否上升,如果停止加热后温度也停止上升,说明加热速度比较合适。当接近沸点时,加热要更慢,每分钟约上升0.2–0.3 °C,此时应特别注意温度的上升和沸点管中样品的情况。当接近样品的沸点时,毛细管中有断断续续的小气泡冒出来,到达样品的沸点时将出现一连串的小气泡,此时停止加热。使液体自行冷却,气泡逸出速度逐渐减慢,在最后一个气泡出现而刚欲缩回内管时瞬间,立即记录温度,此时的温度即为该液体的沸点。

按照第二次测定的方法再作第三次测定。

取第二次和第三次测定温度的平均值作为样品的沸点。如果两次所得温度数值相差超过1 °C,则须重做实验。

2.3.6 结束实验,拆卸仪器

首先停止加热(对于酒精灯,须用酒精灯帽将火焰盖灭;对于电磁加热搅拌器,应关闭加热开关和电源),等提勒管或烧杯中载热液体温度降至接近室温时,按照从上至下顺序拆除装置,取下温度计,用纸擦去载热液体,并用水冲洗。注意不要将热的温度计放在实验台面,防止水银柱(或煤油柱)产生断裂现象。待载热液体冷却后,方可倒入指定的容器中。

2.3.7 实验注意事项

- (1) 实验时,戴好护目镜和手套,以保护眼睛和防止烫伤。
- (2) 安装装置时要求按照从下至上、从左到右的次序安装。装置要正确、稳妥。实验结束后,拆卸装置与此次序相反。
- (3) 毛细管的长度不能大于沸点管的长度。
- (4) 沸点管和温度计用橡胶圈固定,橡胶圈不能接触到提勒管中的液体且温度计的水银球重心应与提勒管主管的1/2处在同一水平线上,注意温度计和沸点管不能接触提勒管壁。
- (5) 使用浓硫酸作热浴时,须特别小心,防止浓硫酸灼伤皮肤。同时还应注意,勿使橡皮圈靠近浓硫酸液面,否则加热时浓硫酸体积膨胀,液面升高,浓硫酸接触橡皮圈而使溶液变黑,妨碍温度的读数。浓硫酸变黑后可加一些硝酸钾晶体。
- (6) 加热不能太快,被测液体不能太少,防止液体全部汽化。
- (7) 观察要仔细,最后一个气泡出现而刚欲缩回内管时的瞬间,要马上记录此时的温度。重复几次,要求几次的测量误差不能大于1 °C。重复实验时要注意更换毛细管。

3 折光率的测定

折射率(refractive index)也是有机化合物的重要物理常数之一。液体有机化合物的折射率能够用折光仪方便而精确地测定出来,折光仪的精密度可达小数点后4位,大多数有机化合物的折光率在

1.3000–1.7000之间。有机化合物中同分异构现象比较普遍，很多异构体沸点极为相近，而折射率却相差明显，因此可以通过测定折射率来区别某些异构体。另外，液体化合物中即使含有少量杂质，折射率的变化也比较明显，因此折射率作为鉴定未知样品及判定其纯度的依据比沸点更为可靠。除此之外，折射率的测定还可以用于确定液体混合物的组成、研究分子结构等。

3.1 基本原理

3.1.1 光的折射及临界角

光在不同介质中的传播速度不同，光线从一种介质进入另一种介质时，如果光的传播方向与两介质的界面不垂直，则在界面处光的传播方向会发生改变，这种现象称为光的折射现象。如光线从光疏介质A进入光密介质B，入射角和折射角分别为 α 和 β ，并且折射角 β 小于入射角 α (图4)。根据折射定律有：

$$\frac{\sin\alpha}{\sin\beta} = \frac{n_B}{n_A} \quad (1)$$

其中， n_A 和 n_B 分别为光疏介质A和光密介质B的折射率， $n_A < n_B$ 。

测定液体折射率时，通常采用空气作为近似真空标准。光线由空气进入某种液体，这时 $n_A \approx 1$ 。当入射角 $\alpha_0 = 90^\circ$ 时， $\sin\alpha_0 = 1$ ，这时折射角达到最大，用 β_0 表示，称为临界角。由式(1)可得：

$$n_B = \frac{1}{\sin\beta_0} \quad (2)$$

因此，测定临界角 β_0 ，就可以计算出液体的折射率，这就是阿贝折光仪测定折射率的基本光学原理^[7]。

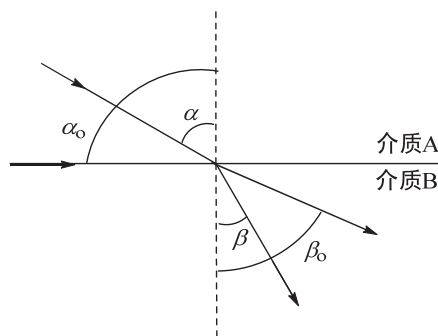


图4 光的折射现象及临界角

3.1.2 影响折射率的因素

物质的折射率不但与物质本身的结构有关，还随入射光波长、测定温度以及压力等因素的变化而变化。在这些影响因素中，入射光波长和测定温度是影响折射率的两个主要因素。在给定外界条件下，折射率是物质的特性常数，所以折射率的表示应注明所用光线波长和测定温度，一般文献记载符号为 n_D^t ，其中D表示钠光D线， t 表示测定温度。

测定折射率时，一般使用钠灯D线(波长589.3 nm)作为入射光波长标准。但实际工作中，阿贝折光仪常用日光作为光源，通过仪器的消色散装置，测得的折射率与用钠光D线所测得的数值相同。

温度的变化能引起液体化合物密度的变化，从而影响液体折射率的大小。如果要准确测量某温度下的折射率，可通过恒温水槽将温度调节到测定温度(使温度变化在 0.1°C 范围内)，测量值可精确到万分之一。对于大多数有机化合物，温度每增加 1°C ，它的折射率就降低 $3.5 \times 10^{-4} - 5.5 \times 10^{-4}$ 。因此，在不使用恒温水槽的情况下，可以将某一温度下所测得的折射率转换成另一温度下的折射率，一般选用平均值 4.5×10^{-4} 作为温度变化的校正值。例如，硝基苯在 25°C 时的实测折射率为1.5506，其校正到 20°C 时的折射率为：

$$n_D^{20} = 1.5506 + 4.5 \times 10^{-4} \times (25 - 20) = 1.5529$$

3.2 阿贝折光仪的结构及工作原理

测定折射率最常用的仪器是阿贝折光仪(图5), 可从目镜筒中目测并读出样品的折射率数据(图6a 右侧刻度)。此外, 还有操作更方便的自动显示式数字阿贝折光仪(图7a)及全自动折光仪(图7b)。尽管仪器类型、结构不尽相同, 但基本工作原理相似^[9]。

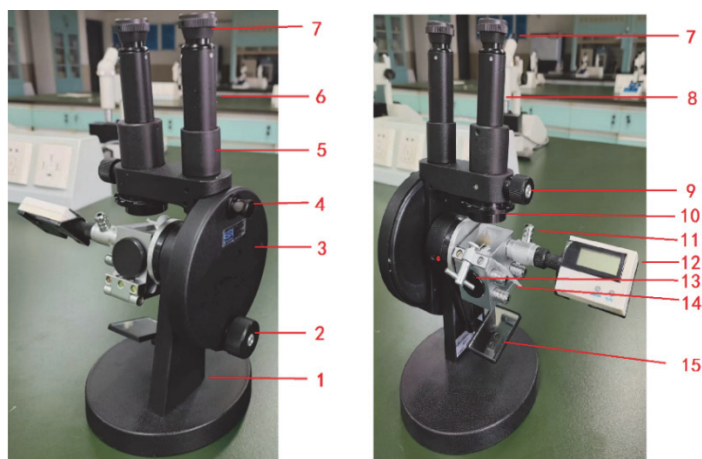


图5 阿贝折光仪的结构

1-底座、立柱; 2-棱镜转动手轮; 3-圆盘组(内有刻度板); 4-小反光镜; 5-支架; 6-读数镜筒; 7-目镜; 8-望远镜筒; 9-阿米西棱镜手轮; 10-色散值刻度盘; 11-恒温水接口; 12-数显温度计; 13-棱镜锁紧扳手; 14-棱镜组; 15-反光镜

阿贝折光仪的结构如图5所示, 其主要部分包括由两块直角棱镜组成的棱镜组(图5(14)), 上面一块表面是光滑的, 下面一块表面是磨砂的。磨砂面上的待测液体被上面的棱镜压下叠合时, 会在两棱镜平面之间形成液膜。光线由反光镜(图5(15))入射透过磨砂棱镜后产生漫射, 以0-90 °C不同入射角进入待测液体。由于待测液体的折射率小于棱镜的折光率(~1.85), 光线到达光滑棱镜表面后折射。如果在光滑棱镜上方用目镜观察(图5(7)), 这时临界角以内的整个区域有折射光线通过, 是明亮的, 而临界角以外的区域没有折射光线通过, 是暗的, 这时目镜中就可以看见一个界限十分清晰的半明半暗的图像。不同的液体介质有不同的临界角, 明暗分界线位置也不同。测定时, 使明暗分界线和目镜中“+”字交叉线交点重合(图6b), 就可直接读出被测液体的折射率数值(阿贝折光仪标尺上的读数在仪器设计时已经换算为折射率)。

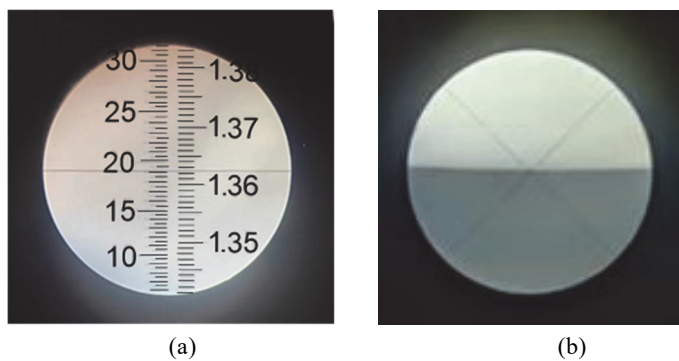


图6 阿贝折光仪目镜图像

(a) 左边目镜; (b) 右边目镜

3.3 阿贝折光仪的测量操作步骤

(1) 先安装温度计，然后将折光仪和恒温水槽相连，待温度恒定(若不需进行精密控温测量，此步与恒温水槽连接可省略)。

(2) 清洗棱镜。转动棱镜锁紧扳手，打开直角棱镜，在进光棱镜的磨砂面上滴少量丙酮，把棱镜合上，使镜面全部被丙酮浸润，再打开棱镜，立即用擦镜纸擦干丙酮(向同一方向轻轻擦洗上下镜面，切不可在镜面上来回滑动擦洗，以免划伤镜面)。

(3) 用滴管往进光棱镜的磨砂面上加2-3滴样品。样品不必太多，也不能太少或分布不均匀，否则视场中影像模糊或不规则。注意切勿使滴管尖端直接接触镜面，以免在镜面上造成划痕。加完样品，小心地关闭棱镜，旋紧棱镜锁紧扳手。

(4) 调节棱镜下方反光镜的位置和角度，使目镜内视场明亮。转动左边刻度盘并在右边镜筒内找到明暗分界区域。

(5) 调节消色散镜，使目镜中彩色光带消失，明暗界限清晰。再微调左边刻度盘，使右边镜筒内明暗分界线恰好通过“+”字交叉线的交点(图6b)。

(6) 打开左侧刻度盘上小反光镜，观察左边镜筒读数(图6a)。刻度盘左侧刻度是垂度，测定蔗糖溶液时，可用于其浓度计算。刻度盘右侧刻度为折射率数值。折射率读至小数点第4位，刻度盘上读至第3位，第4位估算(图6a：视场右侧折射率读数为1.3624)。记录折射率读数和温度计温度，重复测定数次，取平均值。

将实测值校正至文献温度下的折射率(通常为20 °C)。

若为数显式仪器(图7a)，前期操作基本相同，此时只需按下读数按键，等待片刻，显示屏上即可显示出样品折射率读数和相应的温度读数。

(7) 测量完毕，打开直角棱镜，用丙酮清洗镜面上的样品，待丙酮晾干后再测下一个样品。

(8) 全部测试完毕后，先用丙酮清洗除去镜面上的样品，待晾干后，在上下镜面间垫一层擦镜纸(防止棱镜在搬运过程中受到振动，造成上下镜面碰撞而损坏镜面)，再关上棱镜，旋紧棱镜，锁紧扳手。取下温度计放回原处，将仪器还原，盖上防尘罩。

若使用全自动折光仪(图7b)，操作起来就比较简单。测试时，先设置参数，等温度达到设定温度后，往样品槽内滴入3-5滴样品，盖上折光盖。等待一定时间，让样品槽内液体的温度完全达到设定温度后，再按“start”键，仪器自动开始测试，显示结果。但要注意：开机预热至少半个小时；测试前先用蒸馏水校准；样品槽测试前、后要擦拭干净(一般使用无水乙醇和蒸馏水进行清洗)；严禁测试腐蚀性强的液体。

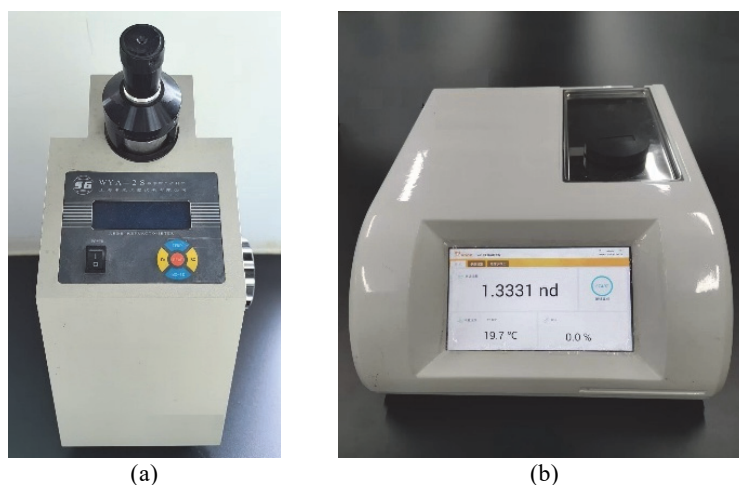


图7 (a) WAY-2S数字阿贝折光仪；(b) 海能A610全自动折光仪

3.4 阿贝折光仪的校准

折光仪测试前通常用蒸馏水进行校正。先测定蒸馏水的折射率2–3次，取其平均值，然后与水的标准折射率进行比较，求得折光仪的校正值，再用这个数值去校正所测的其他样品的结果。不同温度下纯水的折射率见表2。

校正值一般都比较小，若数值偏差很大时，必须对整个仪器进行校验。

表2 不同温度下纯水的折射率

温度/°C	折光率(n_D)	温度/°C	折光率(n_D)
18	1.3332	25	1.3325
19	1.3331	26	1.3324
20	1.3330	27	1.3323
21	1.2229	28	1.3322
22	1.3328	29	1.3321
23	1.3327	30	1.3319
24	1.3326	32	1.3316

3.5 阿贝折光仪使用注意事项

(1) 阿贝折光仪的量程为1.3000–1.7000，精密度为 ± 0.0001 。使用时要注意保护，仪器应该放在干燥、空气流通、温度适宜的地方，以免光学零件受潮发霉或变形。

(2) 搬仪器时应手托仪器的底部，不可提握仪器聚光照明部件中的摇臂或镜筒等部分，以免损坏仪器。还应避免强烈震动或撞击，防止光学零件因震裂、松动而影响仪器精度。

(3) 仪器使用前及更换样品时，必须先用丙酮或乙醇洗净棱镜表面。防止样品残留影响测量结果或长期放置腐蚀损坏仪器，严禁测试强酸性等腐蚀性强的样品。

(4) 若被测液体为低沸点易挥发物，操作要迅速，以避免样品过度蒸发；或从棱镜组侧面的一小孔用针筒加入样品。在测定过程中，若样品挥发严重导致图像不清，也可从小孔内补充样品，使液体均匀无气泡并充满视场。

(5) 被测液体不能含有固体杂质，测试样品时应防止折射棱镜的工作表面拉毛或产生划痕。

(6) 测定时若出现彩色色散光带(图8a,b)，则需微调阿米西棱镜转动轮，直至彩色光带消失呈现正常影像(图6b)。若遇到不规则暗影(图8c)，则是由于样品量不足所致，需再添样品重新测定。若遇到彩色条纹(图8d)，则是因为将刻度盘旋转过度顶到头所致，将刻度盘反向旋转至合适位置，即可观察到正常影像。

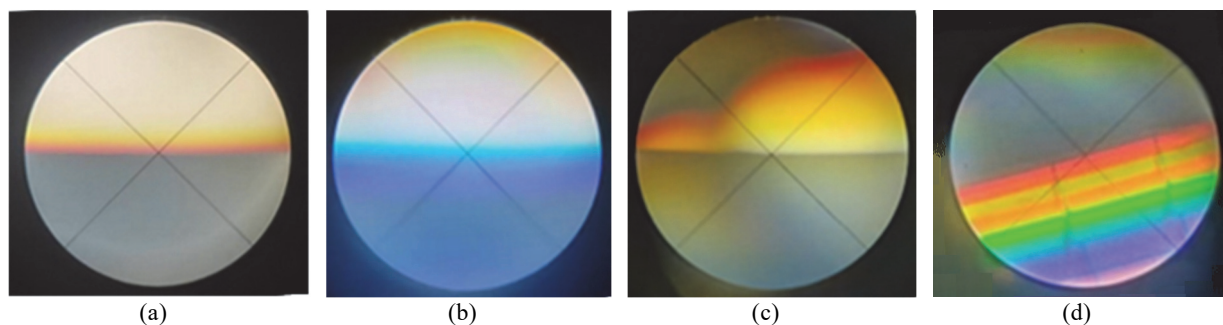


图8 阿贝折光仪测定折射率时常见非正常影像

(a、b) 有色散图像；(c) 样品量不足；(d) 刻度盘到顶

4 比旋光度测定

对映异构体是有机化合物中一类特殊的异构体。对映异构体是手性分子，是互为实物与镜像的两个立体异构体。这样一对对映异构体的物理性质(如熔点、沸点、折光率以及相对密度等)和化学性质在非手性环境中完全相同。因此，区别这两个不同的异构体不能简单地通过测定它们的熔点、沸点或折射率来判定，但对映异构体对平面偏振光却表现出截然不同的旋光活性。一个异构体使偏振光的振动平面向右旋(用“+”表示)，而另一个异构体会使偏振光的振动平面向左旋(用“-”表示)，因此，对映异构体也称为旋光异构体。

对映异构体除表现出不同的旋光活性以外，作为手性药物还往往表现出不同的生理活性，一种异构体对身体有益，而另一种异构体却可能对健康有害。因此，通过不对称合成技术或外消旋体拆分获得的手性物质，还往往需要通过测定其比旋光度来计算其光学纯度和对映异构体的比例。

4.1 偏振光

光波是横波，其振动方向以各种角度分布在垂直于传播方向的平面上，如图9所示。而偏振光是自然光波被某些物体反射和折射后，在垂直于传播方向的平面内，只向一个固定方向的振动，如图10所示。

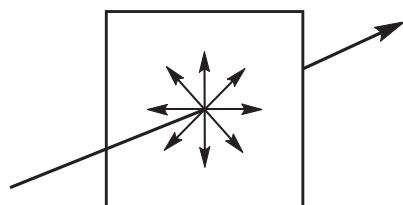


图9 自然光的振动方向

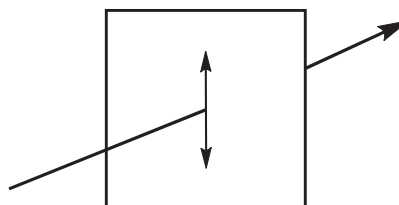


图10 偏振光的振动方向

当一束自然光进入一个各向异性的晶体(如方解石)中时，发生双折射现象。两条折射光线中的一条遵从折射定律，称为寻常光线。另一条不遵从折射定律，为非寻常光线。这两条光线都是偏振光，两者的振动面是互相垂直的。如果能隔断这两条光线之一，则得到单一偏振光，它可用于旋光度的测量。

4.2 旋光仪的构造和测量原理

旋光仪的简单构造如图11所示。其中S为钠光灯， N_1 、 N_3 为两块尼科尔棱镜； N_2 为一块小石英片；P为旋光管(盛放被测溶液)；A是目镜的视野。 N_3 上附有刻度盘，当旋转 N_3 时，刻度盘随同转动，旋转的角度可以从盘上读出。

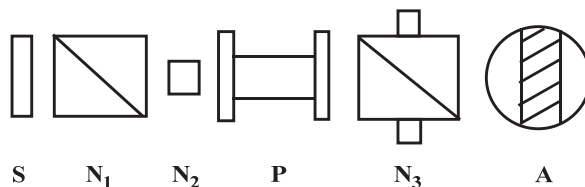


图11 旋光仪的构造图

原则上只需要用 N_1 、 N_3 两块棱镜就可以进行测定(暂不考虑 N_2)，前一个棱镜称为起偏振器，后一个棱镜称为检偏振器。光线从光源经过起偏振器 N_1 后变成平面偏振光，平面偏振光在经过盛有旋光活性物质的旋光管后会被偏转一定角度，使零度视场发生变化，因此必须将检偏振器 N_3 相应地也旋转一定的角度，才能再次出现亮度一致的视场。这个转动的角度就是溶液的旋光度。如果测定时需把检偏振器顺时针方向旋转，则称被测物为右旋(用“+”表示)，反之为左旋(用“-”表示)^[10]。

4.3 影响旋光度的因素和比旋光度的计算

旋光活性物质使偏振光振动平面旋转的角度用 α 表示,称为旋光度。旋光度的大小不仅与旋光活性物质本身的结构有关,还与测定条件如溶液浓度、旋光管长度、温度以及光波波长等因素有关。因此,旋光活性物质的旋光度在不同条件下的测定结果通常不一样。但是,在特定条件(如温度、溶剂种类、溶液浓度以及光的波长等确定的条件)下,每一种具有旋光活性的物质都拥有其特定的旋光能力,这种旋光能力以比旋光度(specific rotation)来表征。比旋光度是由旋光活性物质自身的分子结构决定的,是旋光活性物质特有的物理常数。对于一对对映异构体而言,它们在相同条件下的比旋光度数值大小是完全相同的,但由于它们对偏振光的旋转方向相反,所以比旋光度的符号是相反的。比旋光度 $[\alpha]_D^t$ 的定义式为:

$$[\alpha]_D^t = \frac{\alpha}{c \times l} \quad (3)$$

式中D表示钠光源, t 为实验测试温度(常用20 °C), α 为旋光仪测出的旋光度, c 为溶液浓度(单位 $\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$), l 为旋光管长度(单位dm)。旋光管有10、20和22 cm三种规格,经常使用的是10 cm长的旋光管。对于少量样品旋光度的测量还可以用微量旋光仪进行测定。

在报道比旋光度时,一般还应说明使用什么溶剂,如不说明一般指水。

4.4 全自动旋光仪的使用方法

圆盘旋光仪以往在实验室使用较多,但其有以下几个主要缺点:1) 以钠光灯作为光源,寿命短、易损坏;2) 读数时需要调至2个三分视野之间明暗度相同的暗区作为读数视场;3) 读数麻烦。目前,全自动旋光仪在实验室使用较多。全自动旋光仪(图12)采用发光二极管作为光源,避免了频繁更换钠光灯的麻烦;采用光电检测器及电子自动示数装置,使用起来较为方便;具有灵敏度高、没有人为误差、读数方便、对弱旋光性物质同样适应等优点。



图12 海能P810全自动旋光仪

全自动旋光仪的操作步骤比较简单。其操作步骤如下:

- (1) 打开电源开关,等待数秒。
- (2) 在主界面进行参数设置。
- (3) 将装有蒸馏水或其他空白溶剂的旋光管放入试样室,盖上样品室盖,按清零键清零。
- (4) 放入待测样品测试,仪器将自动显示该样品的旋光度。
- (5) 测量完毕,取出旋光管,关闭电源开关。

4.5 全自动旋光仪的使用注意事项

- (1) 仪器应保持干燥,尽可能在20 °C的工作环境中使用。
- (2) 装填液体后,旋光管中若有气泡,应让气泡浮在凸颈处。
- (3) 旋光管两边的螺帽不能旋得太紧,以免产生应力而产生假旋光,影响读数正确性。
- (4) 旋光管通光面两端的雾状水滴应用软布擦干。
- (5) 加入待测溶液前,应用该溶液反复润洗旋光管数次,以免样品液浓度改变。

(6) 浑浊或含有小颗粒的溶液不能直接测定, 应先将溶液离心或过滤后再测定, 以免颗粒阻挡光路。

(7) 旋光管用后要及时将溶液倒出, 用蒸馏水洗涤干净, 以免腐蚀金属螺帽。

(8) 旋光管不可置干燥箱中加热干燥, 以免因玻璃管与两端金属螺帽的热膨胀系数不同造成损坏。

5 结语

本文较全面介绍了有机实验中物理常数(如熔点、沸点、折射率和比旋光度)测定的作用、基本原理、常用方法、操作规范及实验注意事项, 并比较了不同测定方法及测定仪器(或相关试剂)的使用条件及优缺点, 有利于相关工作者根据实际实验条件选择合适的测定方法、准确测定相关物理常数, 为有机化合物的物理常数及其纯度鉴定提供了可靠依据。

参 考 文 献

- [1] 李厚金, 吴琳, 孙兴文, 郑媛, 刘占祥, 蔡双莲, 熊英, 余广鳌, 刘庆文, 韩杰, 等. *大学化学*, **2025**, *40* (5), 93.
- [2] 李厚金, 蔡双莲, 郑媛, 刘占祥, 袁呈山, 吴琳, 余广鳌, 韩杰, 刘庆文, 杜欣, 等. *大学化学*, **2025**, *40* (5), 40.
- [3] 刘占祥, 袁呈山, 韩杰, 蔡双莲, 张奇涵, 吴琳, 郑媛, 孙兴文, 刘庆文, 熊英, 等. *大学化学*, **2025**, *40* (5), 55.
- [4] 郑媛, 李厚金, 刘占祥, 吴琳, 蔡双莲, 熊英, 余广鳌, 孙兴文, 刘庆文, 韩杰, 等. *大学化学*, **2025**, *40* (5), 84.
- [5] 袁呈山, 刘占, 杜欣, 韩杰, 郑媛, 熊英, 刘庆文, 余广鳌, 吴琳, 蔡双莲, 等. *大学化学*, **2025**, *40* (5), 76.
- [6] 钱雪伟, 孙兴文, 李厚金, 刘占祥, 郑媛, 吴琳, 蔡双莲, 熊英, 余广鳌, 刘庆文, 等. *大学化学*, **2025**, *40* (5), 66.
- [7] 武汉大学化学与分子科学学院实验中心. *有机化学实验*. 第2版. 武汉: 武汉大学出版社, 2017.
- [8] 曾昭琼, 曾和平. *有机化学实验*. 第3版. 北京: 高等教育出版社, 2000.
- [9] 吴美芳, 李琳, 等. *有机化学实验*. 北京: 科学出版社, 2013.
- [10] 朱万春, 张国艳, 李克昌. *基础化学实验——物理化学实验分册*. 第2版. 北京: 高等教育出版社, 2017.