

高等学校试用教材

有机化学 课堂演示实验

成都工学院有机化学教研室编



人民教育出版社

高等

有机化学讲义

成都工学院有机化学 王

*

人民教育出版社出版

新华书店北京发行所发行

人民教育出版社印刷厂印装

*

开本 $787 \times 1092 \frac{1}{32}$ 印张 $1 \frac{1}{2}$ 字数 36,000
1978年8月第1版 1978年12月第1次印刷

印数 1—93,000

书号 13012·0223 定价 0.14 元

编者说明

本书收集的 40 个实验,是根据我们历年来的教学实践并参考了兄弟院校的有关材料整理而成的。这些实验简便易行,现象明显,费时不多,显示了有机化学中一些比较重要的反应和有机化合物的性质,从而能帮助学生理解和提高课堂教学效果。

本书可作为高等工科院校有机化学课程的辅助教材,也可供中等技术学校以及中等学校有机化学教师参考。

本书由成都工学院有机化学教研组整理编写,由大连工学院有机化学教研组主审,并提供了有关的实验资料。

对于本书的缺点和错误,欢迎读者提出批评、建议。

成都工学院有机化学教研组

FC37 / 57

实 验 一	(15)
实 验 二	天然气(甲烷)与氧混合物的爆炸.....	(2)
实 验 三	正庚烷与溴的反应.....	(4)
实 验 四	乙烯与溴的加成.....	(5)
实 验 五	煤油裂解制取烯烃.....	(7)
实 验 六	乙炔二亚铜的撞击爆炸.....	(9)
实 验 七	卤代烷的活泼性.....	(11)
实 验 八	醇在水中的溶解度和与水的缩合现象.....	(12)
实 验 九	醇钠的生成与水解.....	(14)
实 验 十	甲醇氧化生成甲醛.....	(15)
实 验 十 一	伯、仲、叔醇中羟基活泼性的比较(卢卡氏反应).....	(16)
实 验 十 二	乙醚的挥发性和燃烧性.....	(17)
实 验 十 三	醛、酮与羰基试剂的反应.....	(18)
实 验 十 四	乙醛在碱催化下的反应(醇醛缩合).....	(19)
实 验 十 五	碘仿反应.....	(20)
实 验 十 六	醛与品红醛试剂(西符试剂)的反应.....	(21)
实 验 十 七	醛、酮与亚硫酸氢钠的加成反应.....	(22)
实 验 十 八	醛的银镜反应.....	(23)
实 验 十 九	羧酸的酸性.....	(24)
实 验 二 十	诱导效应——氯代酸酸性的比较.....	(25)
实 验 二 十 一	酯的水解.....	(26)
实 验 二 十 二	羧酸衍生物的水解.....	(28)
实 验 二 十 三	顺丁烯二酸转变为反丁烯二酸.....	(29)
实 验 二 十 四	硝酸纤维素酯.....	(30)
实 验 二 十 五	胺的碱性.....	(31)
实 验 二 十 六	酮—烯醇互变异构现象.....	(32)
实 验 二 十 七	苯、甲苯、松节油与溴的作用.....	(33)
实 验 二 十 八	苯、甲苯、松节油与高锰酸钾的反应.....	(34)

实验二十九	甲苯侧链的卤代反应.....	(35)
实验三十	苯环上的卤代反应.....	(36)
实验三十一	芳烃卤素衍生物中卤素活泼性的比较.....	(37)
实验三十二	苯酚的酸性与溶解度.....	(38)
实验三十三	苯酚与溴的反应.....	(39)
实验三十四	苯酚与三氯化铁的显色反应.....	(40)
实验三十五	硝基苯的制备.....	(41)
实验三十六	苯胺与溴的作用.....	(41)
实验三十七	芳胺的碱性.....	(42)
实验三十八	重氮盐的制备和性质.....	(43)
实验三十九	对苯醌及醌氢醌.....	(44)
实验四十	吸附色谱.....	(45)

实验一 有机化合物的特性

有机化合物有一系列不同于无机化合物的特殊性能。一般来讲,有机化合物具有(1)容易燃烧,(2)熔点低,(3)难溶于极性溶剂(如水),(4)难导电的性质。这就是本实验所演示的内容。

仪 器

100 毫升试管 6 支 磁蒸发皿 2 个 酒精灯 1 个 测导电的装置(见实验二十诱导效应中的图)

药 品

面粉 食盐 汽油 液体石蜡

实验方法

(一) 在磁蒸发皿内,放入一小角匙面粉,用酒精灯加热,可以看出面粉烧焦碳化的现象。在另一磁蒸发皿内放入一小角匙食盐,用酒精灯加热,不发生烧焦和碳化的现象。

(二) 将 5 克食盐加入装有 50 毫升水的大试管中,食盐很快溶解,如果将 5 克食盐加入装有 50 毫升汽油的大试管中,食盐几乎完全不溶。

取 10 毫升液体石蜡(或 2 克切碎的固体石蜡)加在装有 50 毫升水的大试管中,液体石蜡和水互不溶解,分为两层,上层为液体石蜡(如加入的是固体石蜡亦不溶解)。

另取 10 毫升液体石蜡加入装有 50 毫升汽油的大试管中,液体石蜡和汽油互相溶解,不再分层。

以上实验说明了“相似溶于相似”规律。

(三) 在一支干燥的试管中加入 2~3 克萘,用酒精灯微微加

热试管,萘即熔化。在另一支干燥试管中加入 2~3克食盐,同样用酒精灯加热,食盐不熔化。

(四) 分别配制 10% 食盐溶液 50 毫升,和 10% 蔗糖溶液 50 毫升,在两溶液中分别插入电极连通电路,如果灯泡发亮表示溶液导电,否则溶液不导电。

实验二 天然气(甲烷)与氧混合物的爆炸

天然气(主要成分是甲烷)是有机合成的重要原料,在煤矿中也含有大量甲烷(瓦斯)。空气中含有 5~14%(按体积计)的甲烷时,遇火会发生爆炸。通过这个实验使学生了解使用天然气(或甲烷)时,必须特别注意防火的安全措施。

仪 器

500 毫升气样瓶 1 个 500 毫升下口瓶 1 个 有柄蒸发皿 1 个

药 品

天然气 氧气 皂片 甘油 氨水

仪器安装图 (见图 1)

实验方法

(一) 在气样瓶中将天然气(甲烷)和氧按 1:2 的体积比配好待用。

(二) 肥皂液的配制: 称取 2 克皂片(或肥皂粉),放在蒸发皿内,溶于 80 毫升热水中,再加入 8~10 毫升甘油及 4~6 滴氨水。这种肥皂液具有表面张力大,不易破裂的性质。

(三) 将充好气的气样瓶中注入水,使混合气体通入盛有肥皂液的蒸发皿中,这时气体就贮存在一个个肥皂泡中,把通好气体的蒸发皿移开远离气样瓶,用点燃的引火签伸向肥皂泡,立即发生猛

烈爆炸。

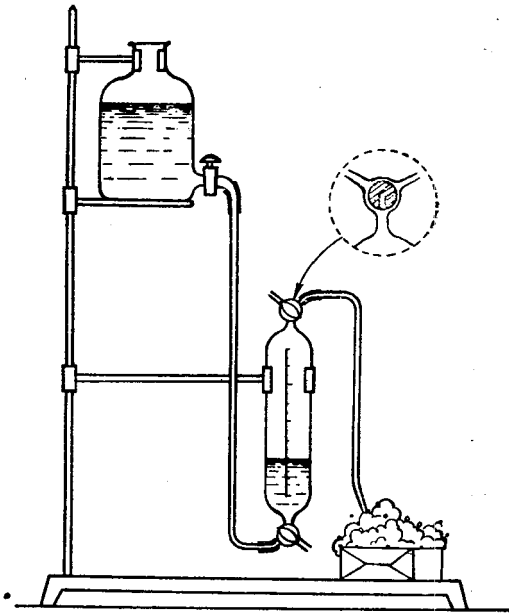


图1 天然气与氧混合物的燃烧

附 注

(一) 天然气(或甲烷)与氧混合,如果比例不同,则爆炸的程度也不同,我们实验的结果如下,供参考。

$\text{CH}_4 : \text{O}_2$	$\text{CH}_4\%$	爆炸情况
1 : 19	5	燃烧,爆炸微弱
1 : 9	10	燃烧,爆炸微弱
1 : 4	20	爆炸强烈
1 : 1.5	40	爆炸最强烈
1 : 1	50	爆炸强烈
1 : 0.5	67	爆炸微弱
1 : 0	100	燃烧,不爆炸

(二) 甲烷与空气的爆炸范围为甲烷含量5~14%(按体积计算),我们试验的结果,爆炸效果不好,不及用氧的明显。

(三) 引火签可用长铁丝的一头扎上灯芯, 将灯芯沾上酒精, 便于点火。

(四) 实验完毕以后, 应立即将气样瓶中的余气排出户外。

(五) 本实验说明了烷烃的爆炸性能, 也可用相同的方法, 作乙烯或乙炔与氧的混合物的爆炸。演示时可将乙烯(或乙炔)与氧按 1:1 或 2:1 的体积比配气(氧的体积不宜增多, 否则爆炸太剧烈)。这里应特别引起注意的是, 乙炔与氧的混合物遇火爆炸非常猛烈, 可能使盛肥皂泡的有柄蒸发皿炸裂, 以致发生危险。因此, 建议将盛有肥皂泡的有柄蒸发皿改用塑料袋或没过蜡的纸杯。

实验三 正庚烷与溴的反应

在光照或加热条件下, 烷烃的卤代是游离基型的取代反应。本实验观察正庚烷与溴在避光条件下不起反应, 但在光照条件下则迅速反应。

仪 器

50 毫升和 30 毫升(短粗)试管各 1 支 300 毫米长 \varnothing 25 毫米塑料管 1 截 50 毫升烧杯 1 个 橡皮球 1 个 100 瓦灯泡 2 个 \varnothing 20 毫米小漏斗 1 个

药 品

正庚烷 5% 溴的四氯化碳溶液 2% 硝酸银溶液 蒸馏水
蓝色石蕊试纸

实验方法

在 50 毫升试管中加入 20 毫升正庚烷及 5 毫升 5% 溴的四氯化碳溶液, 放入不透光的塑料管中, 塑料管的两端用塞子塞上, 置于铁夹上。

在 30 毫升试管中加入 20 毫升正庚烷及 5 毫升 5 % 溴的四氯化碳溶液, 试管口装一双孔塞子, 一孔通过一 U 形弯管, 连接小漏斗, 小漏斗下端放一盛有蒸馏水的小烧杯, 漏斗口刚刚接触水面。塞子的另一孔插入一直角弯管。

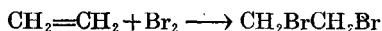
用两只灯泡照射反应混合物, 经 10~15 分钟后, 试管中溴的颜色即可褪去, 用一橡皮球在直角弯管处向管内吹气, 使溴化氢气体通过 U 形弯管进入小烧杯中。用蓝色石蕊试纸检验烧杯中水的酸性。

再将烧杯中的水倒入试管, 加 5 毫升蒸馏水稀释, 加几滴 2% 硝酸银溶液, 有溴化银沉淀生成。

最后将塑料管中的试管取出, 观察反应混合物, 则没有什么变化。

实验四 乙烯与溴的加成

用乙烯与溴水作用能使溴水褪色的性质, 说明乙烯分子中含有碳碳双键, 能发生加成反应。从而推广到凡含有碳碳双键的化合物都具有这一共同性质。因反应能迅速完成, 且现象明显, 故常用作不饱和化合物的鉴别方法。



仪 器

喷头 1 个 3000 毫升烧杯 1 个 安瓿 1 个 二通活塞
3000 毫升细口玻璃瓶 1 个 发生乙烯装置 1 套

药 品

浓硫酸(比重 1.84) 70% 氢氧化钠 溴 95% 乙醇

仪器安装图 (见图 2)

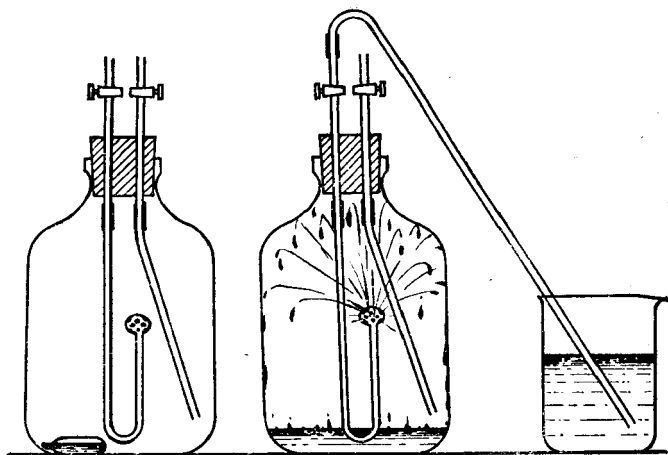


图2 乙烯与溴的加成反应

实验方法

在3000毫升的细口瓶中，装满水以排去所有空气，并在瓶内仔细放入盛有3.5~4毫升溴的安瓿，如图所示塞好瓶塞。然后用排水集气法使瓶内充满乙烯气体，瓶内乙烯的压力最好能稍大于外界气压。乙烯充好后，关住活塞待用。

演示时用力将装有乙烯的玻璃瓶摇动，使盛有溴的安瓿与玻璃瓶壁相碰而破裂，溴流出后在玻璃瓶壁的表面与乙烯作用，继续用力摇动玻璃瓶约5分钟左右，溴与乙烯生成了油状的二溴乙烷(在反应时有热量放出，用手摸玻璃瓶可感到温度升高)。溴的颜色完全褪去。瓶内压力降低，这时在带有喷头的导管上接上玻璃管，将玻璃管插入盛有红色的水的烧杯中，打开活塞，烧杯中的水立刻被吸入玻璃瓶中，同时从喷头处喷出红色的喷泉。

附注

(一) 溴的用量与乙烯的用量有关，经实验确定，3000毫升的乙烯，用溴约3.5~4毫升，如果溴的用量不足，反应后瓶内压力降

低不大,红水被吸入瓶内形成喷泉的现象就不明显,如果溴用得过多,则溴的颜色不易褪去。

(二) 装溴的安瓿应选玻璃壁较薄的,当安瓿在溴装好要封口时,可在溴的液面上滴加少许水,这样水盖住了液面,减低溴的蒸气,便于封口时封牢不漏。

(三) 瓶内喷头的位置约在瓶高二分之一以上。

(四) 乙烯的制取: 在 250 毫升的蒸馏瓶中加入 30 毫升 95% 乙醇和 20 毫升浓硫酸(比重 1.84),混合均匀后再加入 2 克河沙。从瓶口木塞插入一支 250°C 的温度计,温度计的水银球应插入溶液内,但不能插入瓶底。

蒸馏瓶的支管连接一弯玻璃管,通入一个盛有 10% 氢氧化钠溶液的洗气瓶。全部装置不能漏气。

仪器装好后,迅速将蒸馏瓶内的反应液加热到 155°C ,并保持温度在 $155\sim 165^{\circ}\text{C}$ 之间,即有大量乙烯生成。

实验五 煤油裂解制取烯烃

烷烃在高温下发生裂解,裂解的过程很复杂,但反应的结果是由大分子的烷烃生成小分子的烷烃和烯烃的混合物。这在石油化学工业上具有重大意义,通过石油的裂解可以提高汽油的产量和质量,同时,这也是获得基本化工原料乙烯、丙烯、丁烯等的重要方法。

仪 器

电热管 1 支 2kVA 变压器 1 台 冷凝瓶 1 个 500 毫升玻璃筒 1 个 试管 5 支 滴液漏斗 1 个

药 品

煤油 稀溴水 0.5% 高锰酸钾溶液 6N 氢氧化钠溶液 蒸馏水

仪器安装图 (见图 3)

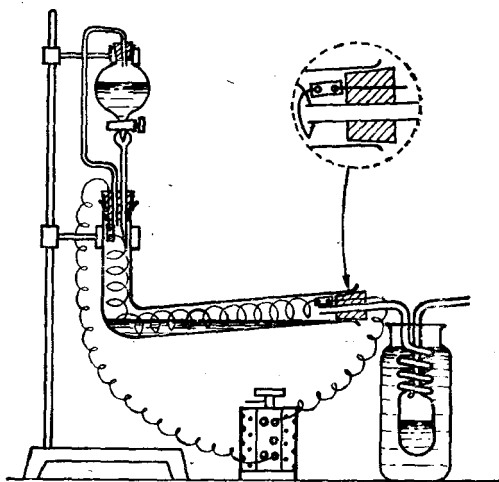


图 3 煤油裂解制烯烃

实验方法

实验开始前,在滴液漏斗中加入 20 毫升精制过的煤油,并放入电热管弯曲部位约 5 厘米处,在玻璃筒内装满冷水,并在两支试管中分别装入 20 毫升溴水和 0.5% 高锰酸钾碱性溶液备用。

实验时,接通电源,调节电压达到电热丝呈红热状态,由滴液漏斗不断滴加煤油,当裂解气能使溴水和高锰酸钾碱性溶液褪色时,可在管口将裂解气点燃,观察燃烧情况。

切断电源,取出冷凝瓶,在一支试管中加入约 10 毫升蒸馏水,加入几滴高锰酸钾溶液及 1 滴 6N 氢氧化钠溶液,将冷凝瓶中的液体倒入试管中,充分振荡,高锰酸钾溶液由紫色经绿色变为褐色。并用同样方法检查精制过的煤油加以对比。

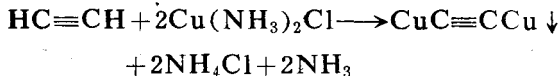
附 注

(一) 煤油的精制: 市售煤油一般都含有一定量的不饱和烃, 实验前应预先进行精制。取煤油 100 毫升放在分液漏斗中, 加入 50 毫升浓硫酸, 充分振荡、洗涤, 静置后分去酸层, 再加 50 毫升浓硫酸, 再洗一次。分去酸层后, 用高锰酸钾溶液检验, 煤油中应不含不饱和烃, 否则仍须用浓硫酸处理, 直至不含有不饱和烃时为止。最后用饱和的碳酸钠溶液中和用硫酸处理过的煤油, 再用水洗一次, 用无水氯化钙干燥, 蒸馏收集 160~200°C 馏分备用。也可使用 1% 酸性高锰酸钾溶液代替浓硫酸来精制煤油。

(二) 电热管的制作: 取一根内径 $\varnothing 10\sim 12$ 毫米, 长 450 毫米的硬质玻璃管, 在距一端 120 毫米处弯成直角。用两个软木塞把一根螺旋电热丝 ($\varnothing 0.5$ 毫米, 总长约 6 米) 在管中均匀伸展开来。电热丝与电源的连接, 可用两段粗铜丝 ($\varnothing 1\sim 1.5$ 毫米) 分别穿过软木塞, 每段粗铜丝的两端分别用小螺钉与电热丝和电源线连接。电源通过一调压变压器连到电热丝的两端。

实验六 乙炔二亚铜的撞击爆炸

通过本实验使学生认识到乙炔二亚铜具有爆炸性。科学实验和生产劳动中避免乙炔二亚铜的生成, 是重要的安全问题。例如生产、输送、储存乙炔的设备上不能有纯铜含量超过 30% 的部件。



仪 器

乙炔发生器 1 套 100 毫升烧杯 1 个 布氏漏斗 1 个 小铁锤 1 个 铁板 1 块

药 品

电石 重铬酸钾硫酸溶液 10%醋酸铅溶液 浓氨水 氯化亚铜 羟胺盐酸盐

实验方法

(一) 铜氨溶液的配制: 称取 0.5 克氯化亚铜, 溶于 10 毫升浓氨水, 并用水稀释至 25 毫升。过滤, 除去不溶性杂质。在滤液中加入盐酸羟胺至蓝色消失为止。

(二) 乙炔二亚铜的制备: 将净化后的乙炔气, 通入铜氨溶液中, 有砖红色的乙炔二亚铜沉淀生成。通气的时间应当长一些, 使生成的沉淀由红色变成红褐色, 并且比重较大, 静置时容易沉底。抽滤沉淀, 先后分别用水和乙醇洗涤。将沉淀在空气中干燥(或用红外灯干燥)。

(三) 乙炔二亚铜撞击爆炸: 取一小角匙乙炔二亚铜用纸裹紧, 置于铁板上, 用铁锤敲打, 撞击后发生爆炸。

附 注

(一) 本实验是否成功的关键在于通入足够量的乙炔。即铜氨溶液中通入乙炔气时, 通气时间应长一些。当观察到有沉淀生成时, 应继续通气, 当生成的沉淀自动下沉, 颜色由红色变成褐色时才停止通气。否则生成的沉淀是红色的, 在空气中容易变黑, 这种沉淀撞击时不易爆炸。

(二) 用铁锤撞击乙炔二亚铜沉淀时, 撞击的部位要准确, 用力要集中。

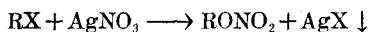
(三) 制好的乙炔二亚铜可以放在塑料薄膜袋中保存。为了安全起见, 宜尽快使用。使用后, 剩余的乙炔二亚铜应及时加酸使它分解。

(四) 乙炔银比乙炔铜更易爆炸, 危险性更大。生产上也少见。不宜以乙炔银为例进行演示。

(五) 实验后,对所有器皿上附有的炔金属物,应及时用酸处理销毁,以免发生危险。

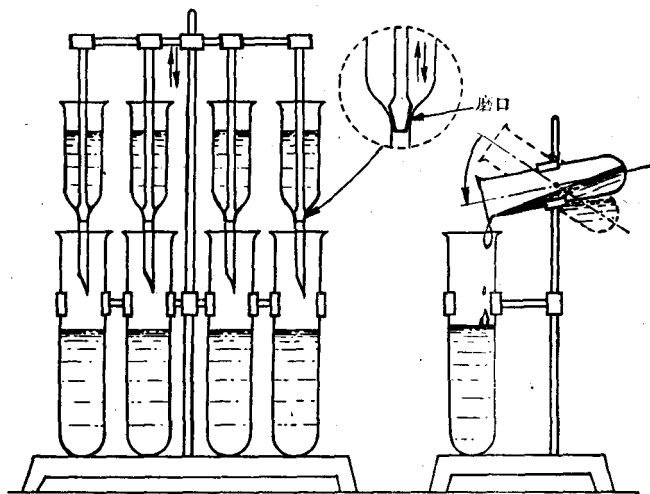
实验七 卤代烃的活泼性

通过氯丁烷、溴乙烷、碘乙烷、氯化钠与硝酸银溶液作用生成卤化银沉淀的快慢,说明:(1) 卤代烃中碳卤键是极性共价键,不是离子键。因而与硝酸银溶液作用生成卤化银沉淀的速度不如无机卤化物快。(2) 卤代烃分子中卤素的活泼性也不相同,是碘代烷>溴代烷>氯代烷。



仪器

加料器 1 套 100 毫升试管 4 支



(a) 开启加料法

(b) 倾斜加料法

图4 卤代烃的活泼性

药 品

15%氯化钠溶液 碘乙烷 氯丁烷 溴乙烷 95%乙醇 硝酸银的酒精饱和溶液

仪器安装图 (见图 4)

实验方法

在四只试管中,分别加入 15%氯化钠水溶液,新配的 15%碘乙烷醇溶液,15%溴乙烷醇溶液,15%氯丁烷醇溶液各 40 毫升。再在加料器(见图 4a)中各加入 5 毫升硝酸银的酒精饱和溶液。开启活塞,使硝酸银溶液同时流入试管中。这时氯化钠试管内立即生成白色沉淀氯化银。其次淡黄色碘化银也较迅速生成。稍后,溴乙烷试管内出现淡黄色浑浊。而氯丁烷试管内无变化。

附 注

(一) 各卤代烷中常含有游离的卤素离子。实验前必须将卤离子洗涤干净,以免干扰(碘乙烷用稀的硫代硫酸钠溶液洗涤)。

(二) 各卤代烷和氯化钠溶液的浓度以 15% 为最适宜。浓度高于 20% 时,氯化钠和碘乙烷生成沉淀的速度几乎没有差别。浓度小于 10% 时,溴乙烷又很久不产生沉淀。

(三) 硝酸银应同时加入各卤化物中,便于比较反应速度。用图 4b 的装置,也能达到同时加料的效果。

实验八 醇在水中的溶解度和与水的缔合现象

醇分子中两个不同的基团,一个是亲水的羟基,另一个是憎水的烷基。醇在水中的溶解度就是由这两个基团的作用来决定的。当起支配作用的是亲水基时,醇就溶于水。反之,起支配作用的是憎水基时,就不溶于水。本实验的目的是使学生了解这个“相似溶