

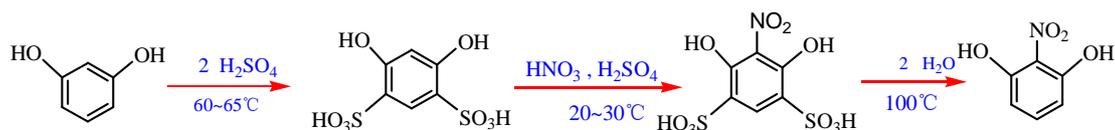
实验七 2-硝基-1,3-苯二酚的制备

一、实验目的

1. 学习并巩固芳香烃亲电取代反应的定位规律和活性位置的保护；
2. 学习 2-硝基-1,3-苯二酚的制备的原理和方法；
3. 掌握水蒸气蒸馏的原理和实验操作方法。

二、实验原理

酚羟基是较强的邻对位定位基，也是较强的致活基团。如果让间苯二酚直接硝化，由于反应太剧烈，不易控制；另外，由于空间效应，硝基会优先进入 4、6 位，很难进入 2 位。本实验利用磺酸基的强吸电子性和磺化反应的可逆性，先磺化，在 4、6 位引入磺酸基，即降低了芳环的活性，又占据了活性位置。再硝化时，受定位规律的支配，硝基只有进行 2 位，最后进行水蒸气蒸馏，即把磺酸基水解掉，又同时把产物随水一起蒸出来。本反应中磺酸基起到了占位、定位和钝化的作用。反应式：



三、实验仪器与试剂

仪器：水蒸气发生器、三颈烧瓶（250mL 1 个）、冷凝管、接受器、锥形瓶、电炉。

试剂：间苯二酚，浓硫酸，浓硝酸，乙醇，尿素

【物理常数】

化合物名称	分子量	性状	比重 (d)	熔点 ($^\circ\text{C}$)	沸点 ($^\circ\text{C}$)	折光率 (n)	溶解度		
							水	乙醇	乙醚
间苯二酚	110.11	白色针状固体	1.285	109~111	276.5	1.3991	可溶	可溶	可溶
2-硝基-1,3-苯二酚	155	红色针状固体	—	84.85	—	1.4396	微溶	—	—
浓硫酸	98.08	无色油状液体	1.84	10.35	340 (分解)	—	∞	—	—
浓硝酸	63.0	无色液体	1.41	—	120.5	—	可溶	—	—
尿素	60.06	无色晶体	1.335	132.7	—	1.3777	易溶	—	—

四、实验操作

1. 磺化：

在 100mL 烧杯中，加入 2.8g 粉状的间苯二酚，在充分搅拌下加入 13 mL 浓硫酸，反应放热，反应温度控制在 55~60℃（低于 65℃），产生白色磺化产物，冷却到室温，然后用冰水浴冷却至 0~10℃。

2. 硝化：

在锥形瓶中加入 2 mL 浓硝酸，在加入 3 mL 浓硫酸配制混酸并在冰水中冷却。将此配制的混酸液在搅拌下慢慢用滴管滴入磺化产物中。维持温度 20~30℃（低于 30℃），滴加完毕后，在室温放置 15 min 后，加入 7 mL 冰水稀释，维持温度低于 50℃。

3. 粗产物处理：

将反应物转移到 250 mL 三颈烧瓶中，加入 0.1g 尿素，按教材 P104 图 2.6.24 进行水蒸气蒸馏，至蒸馏头出口无橘红色产物产生停止蒸馏，然后冷却，抽滤，得到粗产物。

4. 称量产物、计算产率。

五、实验记录及数据处理

1. 制备 2-硝基-1,3-苯二酚：

时 间	实 验 步 骤	实 验 现 象

2. 实验结果：

产物外观： 产 量： 产 率：

六、实验注意事项

1. 先磺化、后硝化，要注意试剂加入的先后顺序。
2. 磺化时，先充分搅拌，完全溶解成透明溶液，再搅拌即有乳白色物生成。如果没有，可用温水温热，加速反应，温度不超过 65℃。
3. 硝化时，一定要在冷却下，边搅拌，边慢慢滴加混酸。若滴加太快，就会发生氧化反应，使溶液变灰或变黑。
4. 稀释时，加冰水不能太多，否则，水蒸气蒸馏时，会蒸不出产品。

七、思考题：

1. 2-硝基-1,3-苯二酚能否用间苯二酚直接硝化来制备，为什么？
2. 本实验硝化反应温度为什么要控制在 30℃ 以下？温度偏高有什么不好？