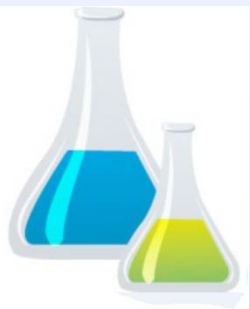




有机化学实验II

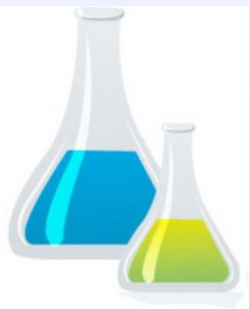
2-硝基-1,3-苯二酚 (2-Nitroresorcinol) 的制备(I)





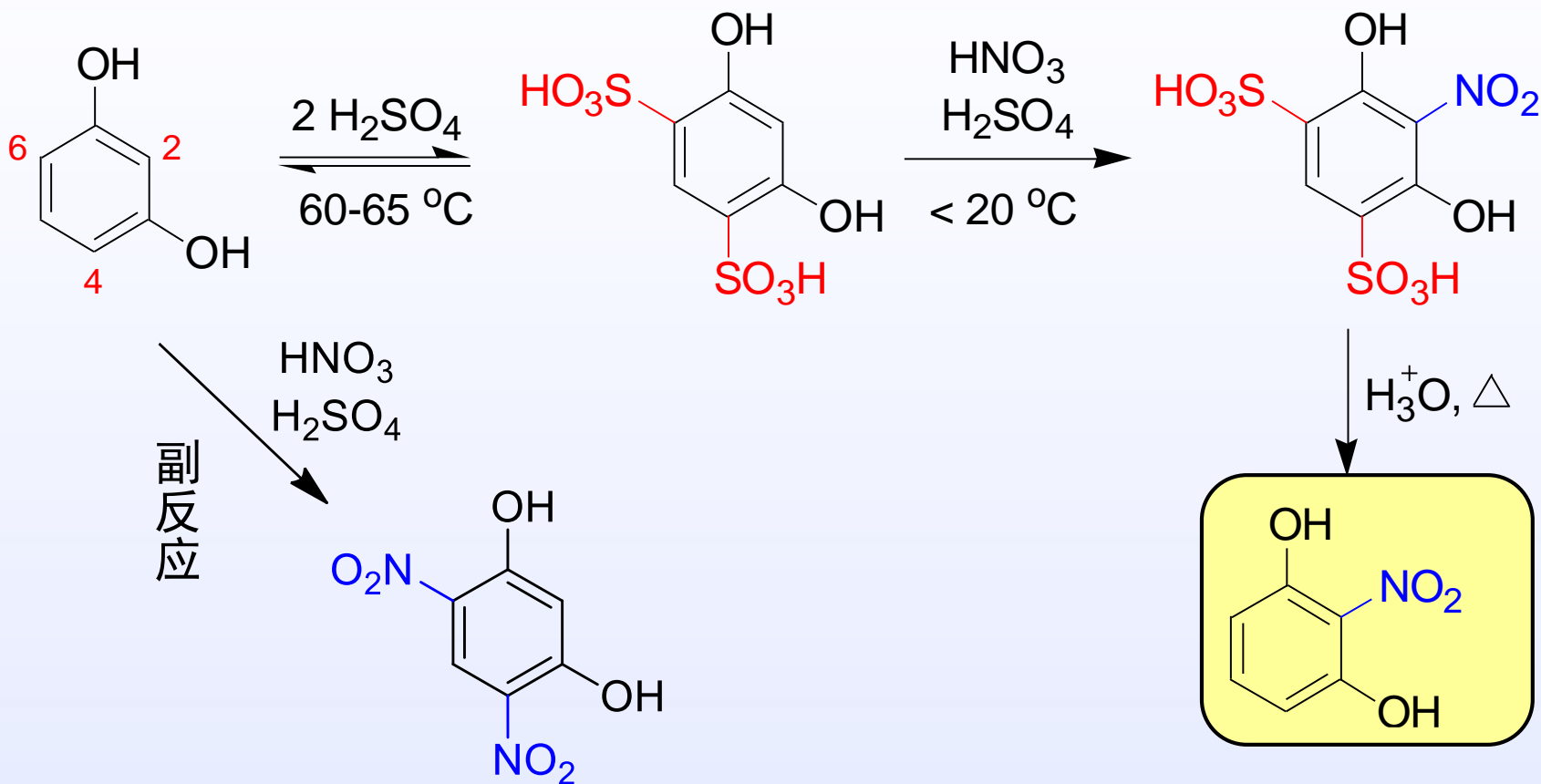
一、实验目的

1. 学习在苯环上亲电取代反应的定位规律及磺化反应的应用。
2. 学习2-硝基-1,3-苯二酚的合成方法。
3. 掌握实验中的基本操作（如水蒸汽蒸馏等）。



二、实验原理

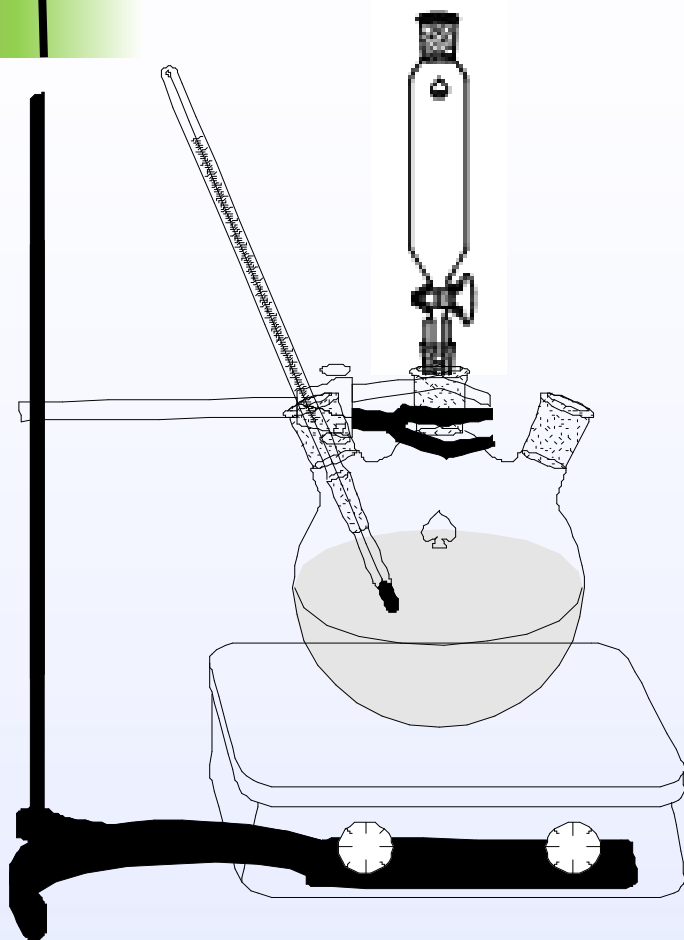
反应式：



三、实验试剂及装置

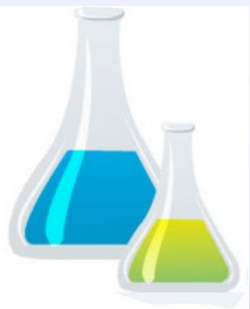
| 物质名称 | 投料量 | 水中溶解度 | 比重 | 分子量 | 熔点(°C) | 沸点(°C) |
|---------------------------|---|--------------|--------|--------|---------|---------|
| 间苯二酚 (研成粉状) | 2.6 g (23.6 mmol) | 140 g/100 mL | 1.272 | 110.1 | 109-111 | 280-281 |
| 98%浓硫酸 | 9.3 mL (170 mmol) | 易溶 | 1.834 | 98.07 | 10.49 | 338 |
| 混酸 (98%浓硫酸 +65%浓硝酸) | 4.5 mL (2.6 + 1.9 mL) (27.4 mmol) | 易溶 | | | | |
| 尿素 | 0.1 g (1.7 mmol) | 易溶 | 1.330 | 60.06 | 135 | / |
| 4,6-二硝基-1,3- 苯二酚 | | 微溶 | | 200.11 | 215 | 404.6 |
| 2-硝基-1,3-苯二 酚 | | 微溶 | 0.7983 | 155.1 | 84-85 | 234 |

三、实验试剂及装置



注意：

1. 温度计水银球稍稍伸入液面下即可，不要碰着搅拌子。
2. 搅拌时也可把温度计拿出来，需要测温度的时候，可暂时停止搅拌。



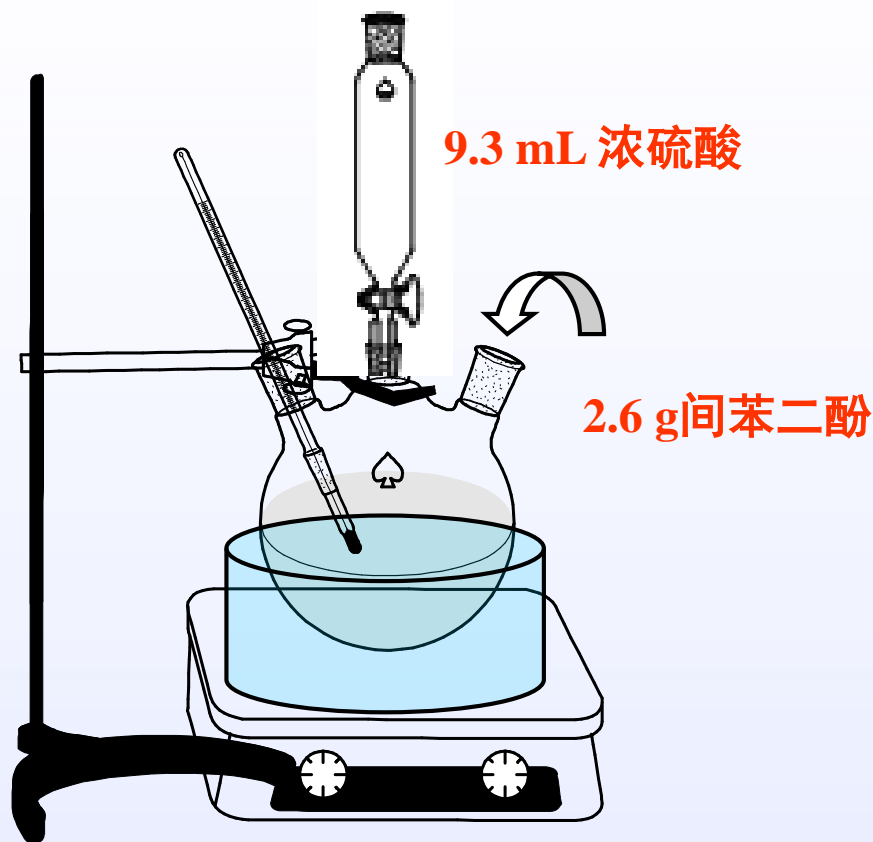
四、实验步骤

1、加料

在100 mL三口瓶中加入2.6 g间苯二酚，搅拌下用滴液漏斗缓慢加入 9.3 mL浓硫酸，放热。

2、磺化

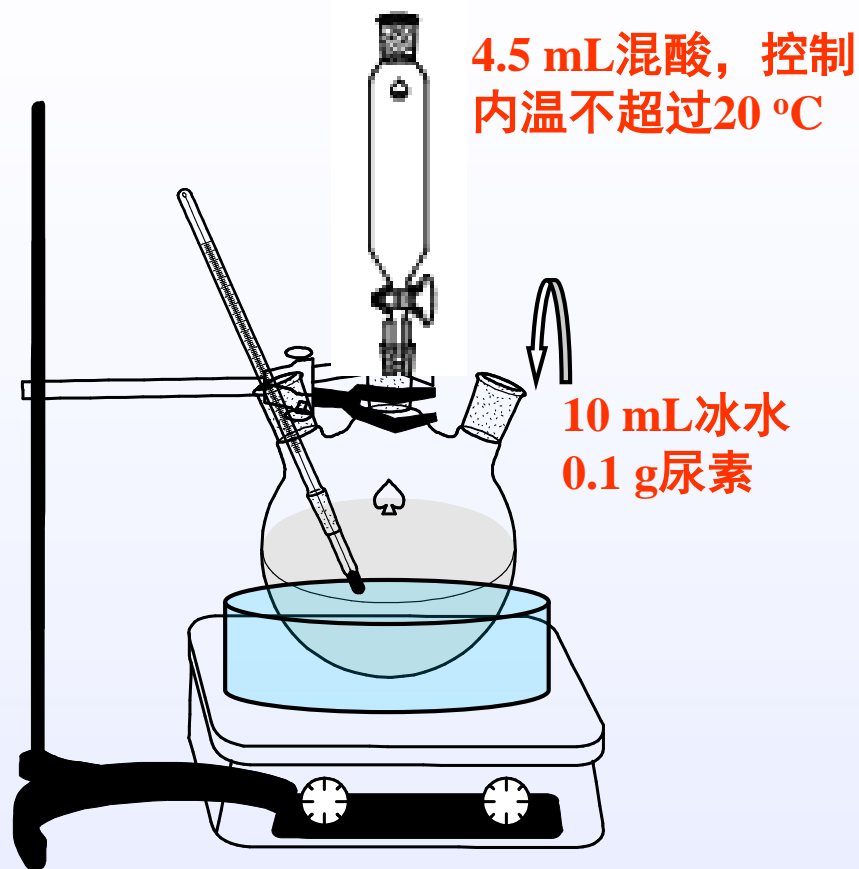
用温水浴加热体系使内温升至约60-65 °C后，移去水浴，搅拌约15 min，体系温度将自然降低，生成白色的磺化产物。



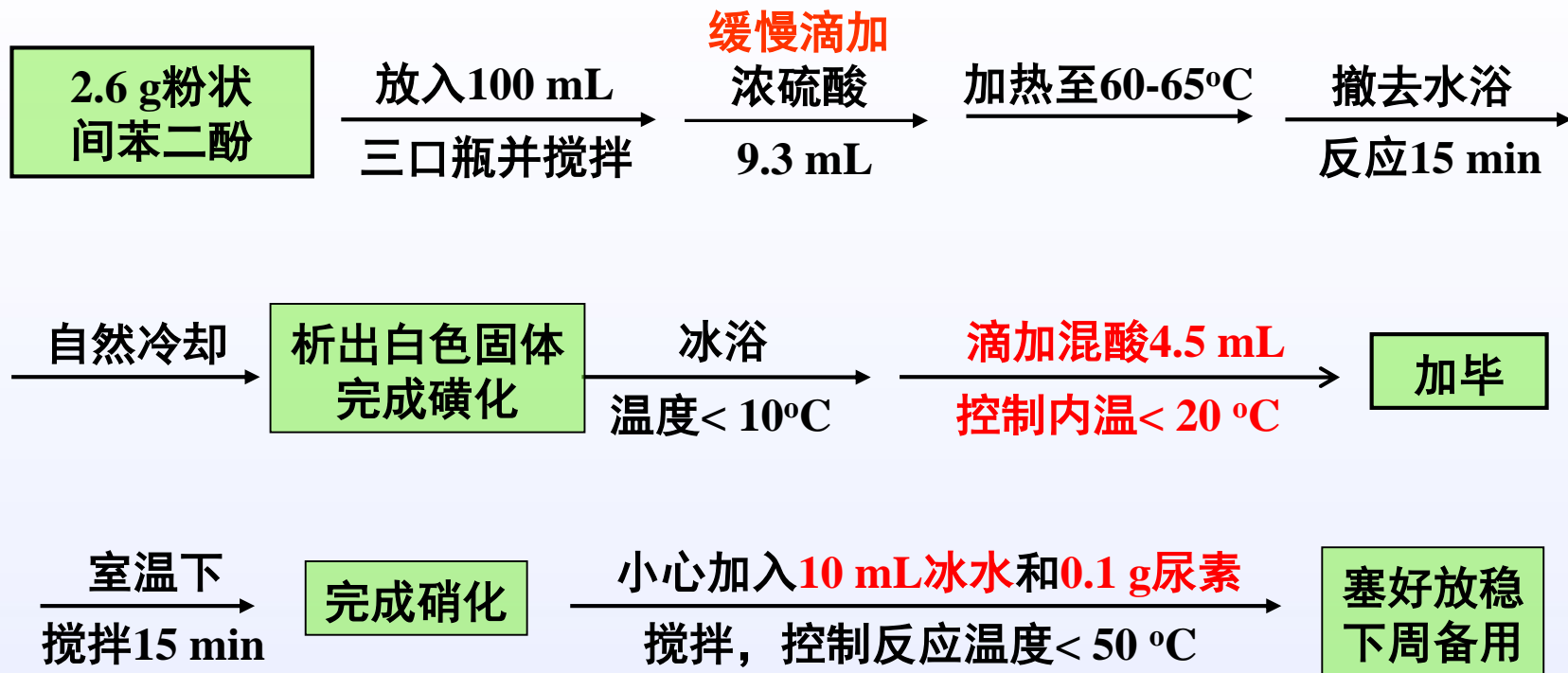
四、实验步骤

3、硝化

用冰水浴将体系冷却至 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下，然后在快速搅拌下缓慢滴加 4.5 mL 混酸，并使内温不超过 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。加毕，室温下搅拌 15 min ，缓慢加入 10 mL 冰水（注意放热、控制温度），完成硝化。加入 0.1 g 尿素。三口瓶塞好塞子，写上标签，放置稳妥，下周备用。



四、实验步骤



尿素可与多余的硝酸作用生成络盐 $\text{CO}(\text{NH}_2)_2 \cdot \text{HNO}_3$ ，以免其生成 NO_2 污染空气。



五、注意事项

1. 玻璃仪器使用前应是干燥的，不可水洗。
2. 加硫酸、混酸和冰水时都**放热**，都要在**快速搅拌**下**缓慢滴加**，否则**炭化变黑**。
3. 使用**浓硫酸**和**混酸**时注意安全，戴手套，容器及时处理，严禁将废液倒入水槽。
4. 温度计稍稍没入液面即可，千万不能碰着搅拌子，防止水银球被打碎。
5. 加水稀释时水量不可多，否则酸浓度过低影响脱磺基反应，可致长时间水蒸汽蒸馏得不到产品。





六、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 20°C 左右？温度偏高有什么不好？

