

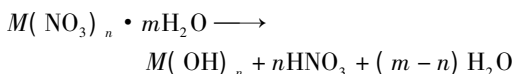
浅谈苯硝化试剂的实验原理及方法

江苏省宝应中学 225800 乔伟蔚

硝基苯是一种制造染料及医药品的重要物质,合成的途径是用浓硝酸和浓硫酸混合物对苯进行硝化,这一方法亦成为中学及大学实验室制备硝基苯的方法,但是,由于实验中使用的硝化试剂为两大强酸,给实验者特别是学生带来一定程度的危害,影响实验的安全性,为了提高苯硝化实验教学的安全可靠性,笔者针对非强酸性苯硝化试剂及方法进行了研究,实验表明,如果用水合金属硝酸盐与硼酸硅胶代替浓硝酸和浓硫酸,苯在此条件下硝化反应也进行得完全,而且可从根本上避免由于浓强酸带来的危害。

一、实验原理

该实验所采用的硝化试剂是水合金属硝酸盐(九水合硝酸铁)和附带硼酸的硅胶。所依据的基本反应原理是:水合金属硝酸盐在脱水性物质硅胶的存在下分解生成硝酸,然后,硝酸对苯进行硝化。其反应的化学方程式为:



二、实验方法

1. 配制硼酸硅胶

称取 15.0 g 硼酸和 10.0 g 色谱分析用硅胶,放入研钵研磨并充分混合,再将混合物转入蒸发皿中加热,待不产生蒸汽后停止加热并放入干燥器中冷却,得到干燥硼酸硅胶 17.6 g。

2. 苯的硝化

称取配制的硼酸硅胶 2.50 g 和 2.00 g 九水合硝酸铁,放入研钵中充分研磨并混和,这时如用手煽动挥发物可嗅到硝酸的刺激性气味。将上述硝化试剂加入到一大试管中(Ø2.4cm),并缓慢加热大试管。用玻璃棒在固体当中掘一洞,一直通到试管底部为止,停止加热后放冷却,然后用自来水冲淋试管外壁使之进一步冷却,用滴管沿玻璃棒向其加入 0.5 mL 苯溶液,使之注入到洞内。

再在一小试管中加入冰水混合物,如图 1 所示,用脱脂棉将其固定于大试管的上部,然后再将

大试管放入水温约 60℃ ~ 70℃ 的水浴中加热 20 min 左右,苯的硝化就可完成。

3. 硝基苯色态的观察

为了更好地观察到产物硝基苯的颜色与状态,可以将大试管中的反应混合物倒入盛有

15 mL NaOH 溶液的 100 mL 烧杯中,向其中加入 10 mL 盐酸溶液,再加入 1.30 g 维生素 C,此刻溶液呈无色,搅拌片刻之后静止,便可在烧杯底部观察到淡黄色、油状物质,这便是硝基苯。

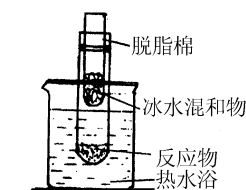
将上述大试管中反应混合物倒入到 NaOH 溶液中,其目的是通过 NaOH 溶液将硼酸转化成盐,避免硼酸晶体与硝基苯一并析出,影响对硝基苯的观察。加入 NaOH 溶液后,Fe³⁺ 转化成 Fe(OH)₃,出现沉淀,通过加入盐酸使其溶解,为了消除由于 Fe³⁺ 存在而呈现的黄色,便加入维生素 C 使 Fe³⁺ 还原成 Fe²⁺,在酸性条件下,维生素 C 与 Fe²⁺ 均不能还原硝基苯。

4. 硝基苯的验证

将产物用维生素 C 和 Fe²⁺ 作还原剂使之还原(用 Na₂CO₃ 为介质溶液)可以验证产物是否为硝基苯。

方法是当第 3 步实验操作进行完毕后,用 Na₂CO₃ 将溶液调至碱性,经少许加热,硝基苯就可得到还原。加入少量漂白粉而呈现特殊颜色,一方面说明有苯胺生成,另外也进一步证明第三步实验中的油状物质为硝基苯;另外也可以加入亚硝酸,使苯胺与亚硝酸作用生成重氮化合物之后再与苯酚或萘酚的钠盐作用,发生偶联反应产生各自特征颜色而验证苯胺、硝基苯的生成。

该实验的特点是安全可靠,产品产率也较高,适合于课堂教学实验及化学课外活动研究。



苯硝化改进后实验装置

图 1