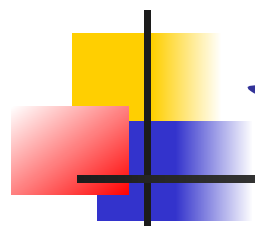


有机中间体DNT的制备

中北大学化工综合实验教学中心



一、实验目的

1. 了解硝酸、硫酸的基本特性;
2. 了解硝酸、硫酸在反应中的作用;
3. 掌握硝硫混酸的配制技术;
4. 掌握芳烃硝化的规律, 熟悉甲基、硝基的定位效应及其在反应中的作用;
5. 掌握硝化反应的基本操作.

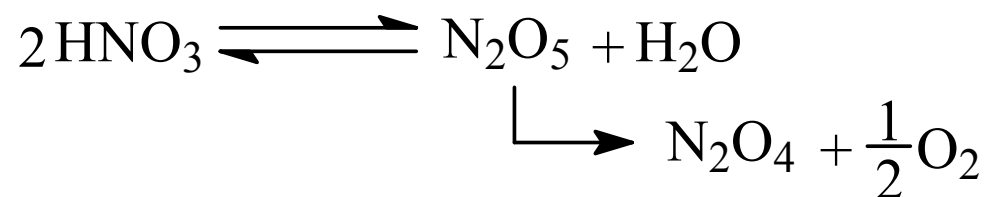
二、实验原理

1 硝酸与硫酸

(1) 硝酸

常见的硝酸为什么颜色？为什么？

纯硝酸为无色透明液体，极不稳定的，会自动分解



光照或受热可以加速反应。

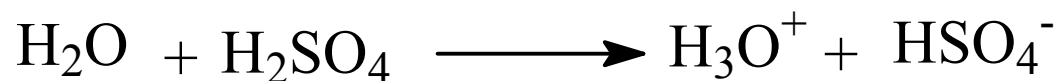
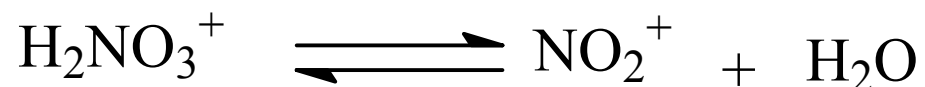
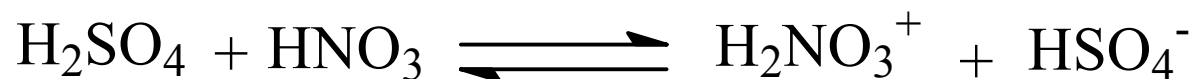


二、实验原理

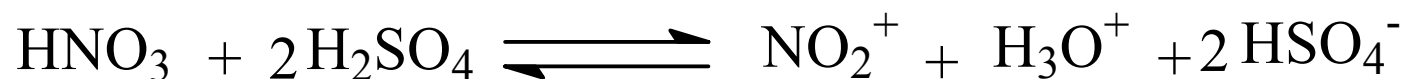
(2) 硫酸

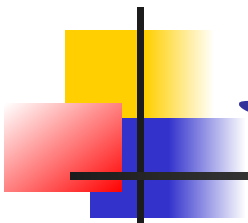


硫酸比硝酸酸性更强的，混合后，会发生如下反应。

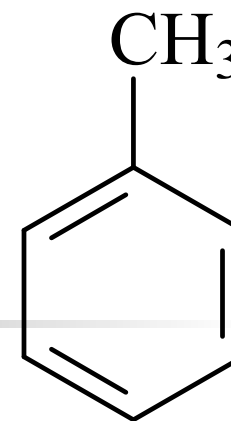


总反应式：





二、实验原理



2 甲苯

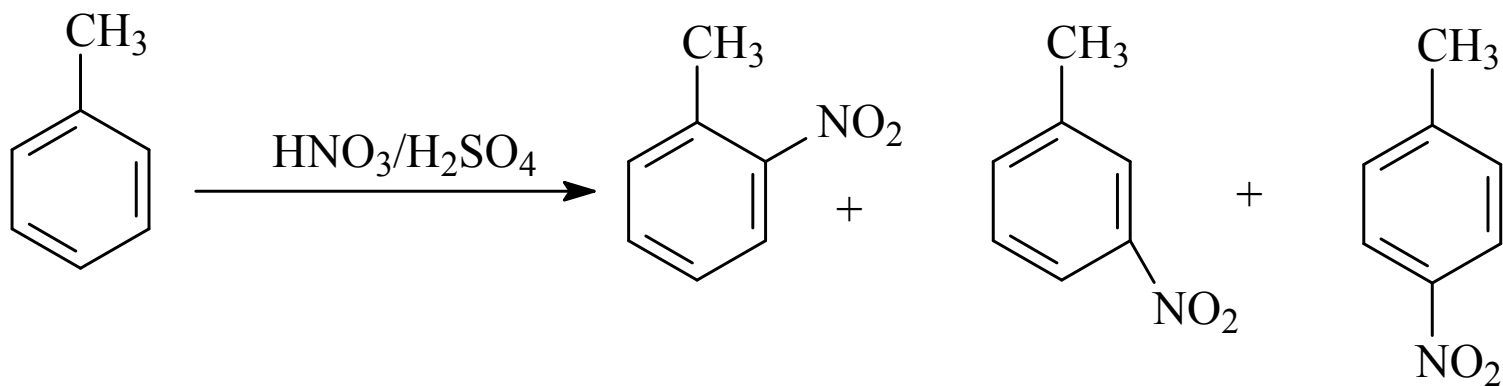
无色透明液体，有挥发性，蒸气可与空气形成爆炸性混合物。凝固点为 -90°C ，沸点 110.6°C ，密度 $0.866\text{g}/\text{cm}^3$ 。

甲苯的硝化属于何种类型的反应？

甲苯与苯相比，哪一个更容易被硝化？

甲苯被硝化后，主产物是什么？

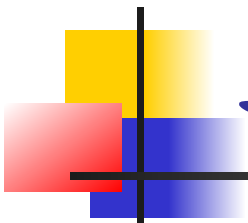
二、实验原理



邻硝基甲苯 58~59%

间硝基甲苯 4~5%

对硝基甲苯 38~36%



二、实验原理

3 一硝基甲苯

与甲苯相比，一硝基甲苯更难硝化还是更易硝化？

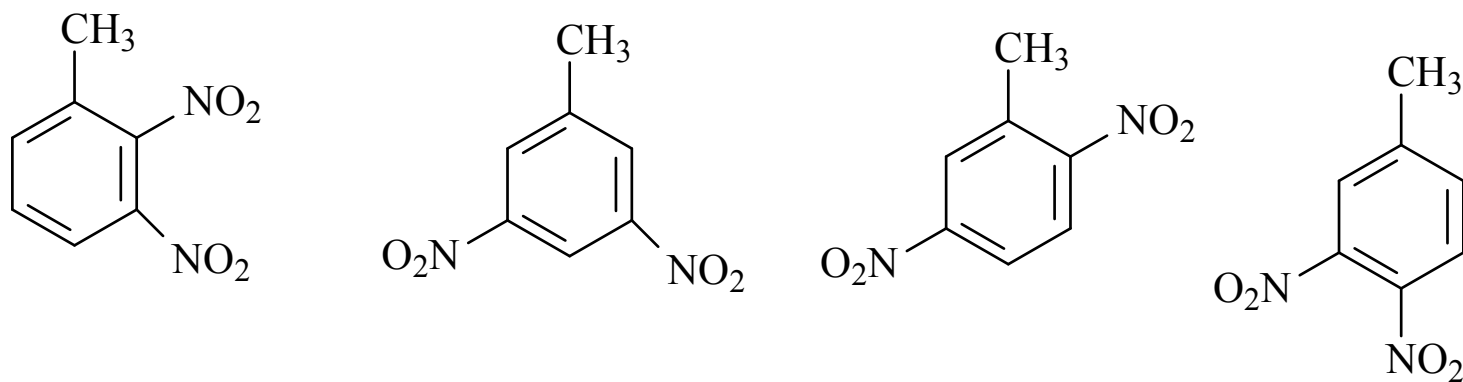
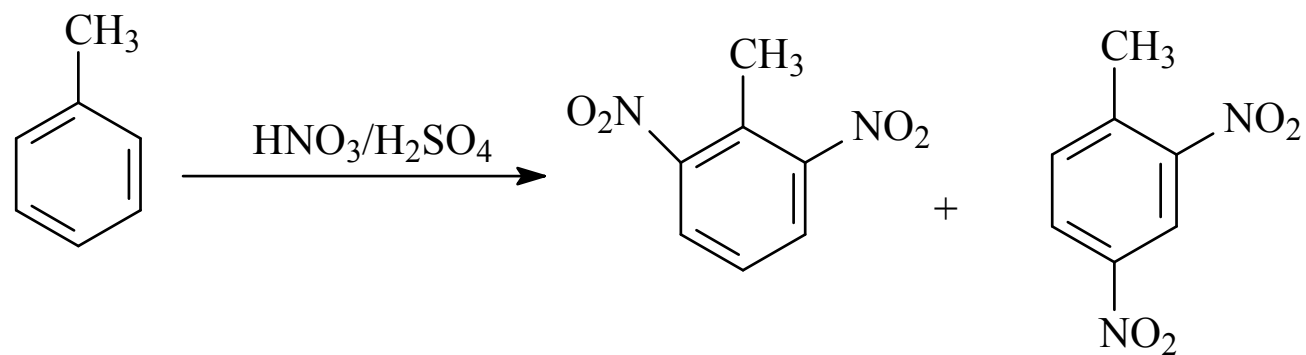
为了提高硝化得率，常采取哪些措施？

(1) 提高硝化酸的酸度

(2) 提高反应温度

(3) 适当延长反应时间

二、实验原理



三、试剂与仪器

(1) 试剂

硝酸(98 %); 硫酸(98%); 甲苯(A.R.);
水(去离子水)

(2) 主要仪器

自动恒温装置一套

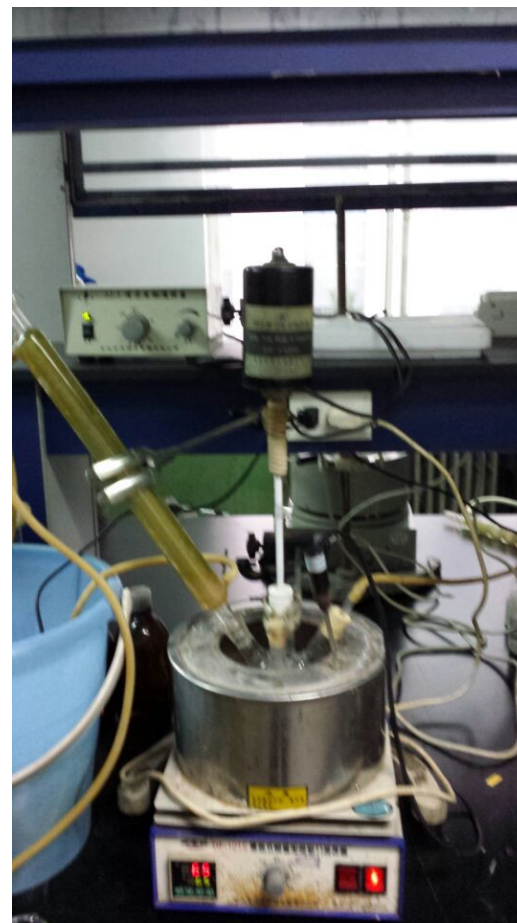
三口烧瓶250 ~ 500m1一个

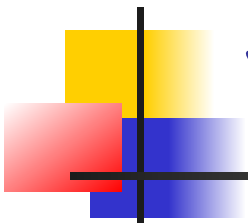
电动搅拌器一台

100mL筒形分液漏斗和250mL梨形分
液漏斗各一个

0~100℃温度计一支

250mL砂芯漏斗一个 (G3)





四、实验步骤

(1) 硝硫混酸的配制

硝酸：98%，密度1.51g/cm³

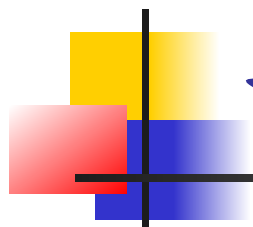
硫酸：98%，密度1.84g/cm³

配制一段混酸160g，计算所需原料酸的量和加水的量

$$\text{硝酸 (mL)} \quad x = \frac{160 \times 13\%}{1.51 \times 98\%} = 14$$

$$\text{硫酸 (mL)} \quad y = \frac{160 \times 66\%}{1.84 \times 98\%} = 59$$

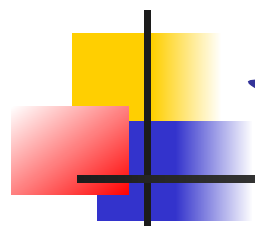
$$\text{水 (mL)} \quad z = 160 - \frac{160 \times 13\%}{98\%} - \frac{160 \times 66\%}{98\%} = 31$$



一段混酸配制

三口烧瓶或高脚烧杯

- (1) 加入去离子水31mL，冷水冷却；
- (2) 于40℃下，滴加硫酸59mL；
- (3) 于40℃下，滴加硝酸14mL；
- (4) 降至室温，混酸即可使用或盛入磨口瓶中盖严待用。



一段硝化

料比（质量比）： 甲苯：混酸= 25g:160

加料温度： 不超过50℃

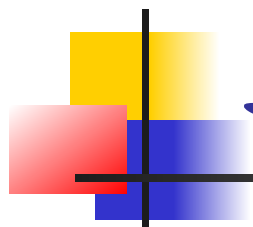
加料时间： 25 ~ 30min

反应温度： 50±5℃

反应时间： 20 ~ 30min

注（1）一定要将混酸升温至30℃左右再加甲苯；

（2）需强烈搅拌，保证传热传质。



二段硝化

二段混酸成分为： 硝酸13%； 硫酸76%； 水11%

料比（质量比）： 一硝基甲苯： 混酸= 25g:120g

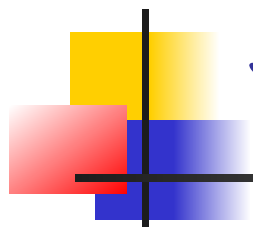
加料温度： $70\pm 5^{\circ}\text{C}$

加料时间： 40 ~ 45min

反应温度： $85\pm 5^{\circ}\text{C}$

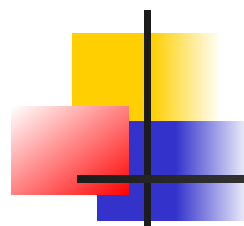
反应时间： 30 ~ 40min

洗涤温度： 70 ~ 80 $^{\circ}\text{C}$



注意事项

- (1) 强酸，强腐蚀性，必须做好防护
- (2) 一段硝化反应，若滴加甲苯后温度不上升，应停止加料，保持温度。加快搅拌，至温度上升后再继续加料。
- (3) 硝化反应是两相反应，搅拌速度控制反应速度。故应始终快速搅拌，以增大两相接触面。



思考题

1. 配制一段混酸？为什么温度应低于 40°C ？
2. 写出二段混酸配酸用量计算式，并计算用量。
3. 甲基、硝基为何种定位基团，它们的存在对反应有何影响？
4. 甲苯与苯相比，哪一个更容易被硝化，为什么？
5. 甲苯硝化的反应速度与什么条件有关？为什么？
6. 反应温度过低或过高是什么原因？如何解决？