

# Instrukcja do ćwiczenia nr 1

## SYNTEZA N-FENYLOMOCZNIKA

### A. Informacje wstępne

Celem ćwiczenia jest:

1. przeprowadzenie syntezy *N*-fenylomocznika z chlorowodoru aniliny,
2. oczyszczenie surowego produktu poprzez krystalizację.

Przed przystąpieniem do ćwiczenia należy zapoznać się z zagadnieniami:

1. typ reakcji i jej mechanizm: reakcje acylowania,
2. techniki laboratoryjne: sączenie pod zmniejszonym ciśnieniem, krystalizacja,
3. przepisy bhp związane z wykonywanym ćwiczeniem, a w szczególności dotyczące pracy ze stężonymi kwasami (kwas solny, lodowaty kwas octowy).

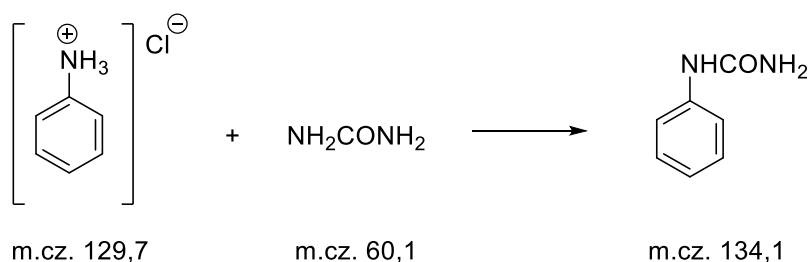
Kwas solny: substancja żrąca, powodująca poważne oparzenia. W razie kontaktu ze skórą należy przepłukać dużą ilością wody.

Lodowaty kwas octowy: działa toksycznie na drogi oddechowe i w kontakcie ze skórą. Powoduje trudno gojące się oparzenia. Miejsce oblane spłukać dużą ilością zimnej wody i umyć wodą z mydłem.

Zaliczenie kolokwium z tych zagadnień jest warunkiem nieodzownym do rozpoczęcia ćwiczenia.

### B. Wykonanie ćwiczenia

#### 1. Schemat reakcji:



2. Sprzęt: kolba kulista o poj. 250 cm<sup>3</sup>, chłodnica zwrotna, kolba stożkowa o poj. 200 cm<sup>3</sup>, zestaw do sączenia po zmniejszonym ciśnieniu, zestaw do krystalizacji.

3. Odczynniki: chlorowodorek aniliny, mocznik, stężony kwas solny, lodowaty kwas octowy.

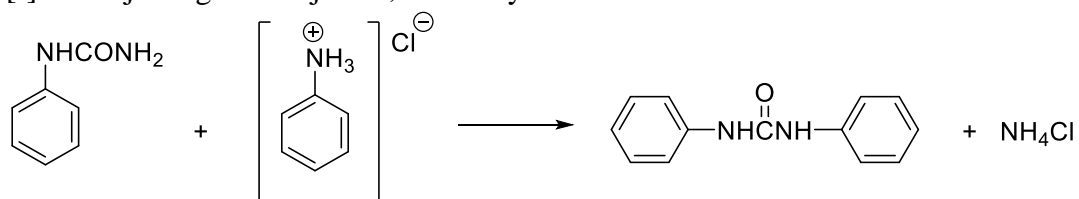
#### 3. Sposób wykonania ćwiczenia:

W kolbie kulistej o poj. 250 cm<sup>3</sup> rozpuszcza się 12,5 g (0,095 mola) chlorowodoru aniliny i 30 g mocznika (0,5 mola) w 60 cm<sup>3</sup> wody. Gdy roztwór nie jest klarowny należy go przesączyć. Następnie dodaje się 1 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu solnego i 1 cm<sup>3</sup> lodowatego kwasu octowego. Mieszaninę ogrzewa się do wrzenia pod chłodnicą zwrotną przez 30 minut. Po ok. 15 minutach pojawiają się drobne, białe kryształki (głównie *N,N'*-difenylomocznika [I]). Ich ilość stale wzrasta w miarę upływu czasu. Następnie kolbę chłodzi się w lodzie i odsącza osad pod zmniejszonym ciśnieniem. Mieszaninę fenylomocznika i difenylomocznika (ok. 10,5 g) rozdziela się przez ogrzanie jej do wrzenia w 120 cm<sup>3</sup> wody i przesączenie do ciepłej kolby przez ogrzany lejek sitowy. Przesącz ochładza się w wodzie z lodem, a wydzielony fenylomocznik odsącza się, dobrze odciska na sączku i suszy.

Otrzymuje się 7,5 g, co stanowi 59% wyd. teoret. białego krystalicznego związku o temp. topnienia 144-146°C. Po przekrystalizowaniu z wody otrzymuje się *N*-fenylomocznik o temp. topnienia 147-148°C.

Uwagi:

[I] Reakcja biegnie dalej do *N,N'*-difenyloczynnika:



Piśmiennictwo: A. I. Vogel: Preparatyka organiczna WNT, Warszawa 1984, s. 626.

Po wykonaniu ćwiczenia oczyszczony produkt należy przekazać prowadzącemu ćwiczenia.  
Do zaliczenia preparatu wymagane jest aby wydajność praktyczna wyniosła co najmniej 40%.

#### 4. Utylizacja odpadów:

Odsączony difenyloczynnik należy wrzucić do pojemnika na odpady stałe organiczne, a roztwór po odsączeniu produktu (rozcieńczony kwas octowy z dodatkiem chlorku amonu i nadmiaru mocznika) można wylać do kwasowych zlewek wodno-organicznych.

### C. Sporządzenie raportu

Raport z wykonanego ćwiczenia należy sporządzić w formie pisemnej po wykonanym ćwiczeniu według obowiązującego wzoru i oddać prowadzącemu najpóźniej tydzień po skończonym ćwiczeniu.

### D. Ocena ćwiczenia

Aby zaliczyć ćwiczenie, trzeba zdać kolokwium, wykonać ćwiczenie i oddać raport.