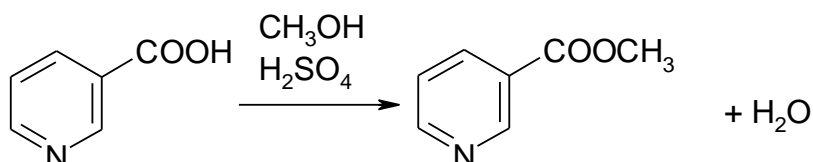


WITAMINA PP

(Nikotynamid)

ESTER METYLOWY KWASU NIKOTYNOWEGO

(estryfikacja)



Odczynniki:

Kwas nikotynowy	10 g
Metanol	60 cm ³
Kwas siarkowy stężony	8 cm ³
Wodorotlenek sodowy 20%	q.s.
Octan etylu	120 cm ³

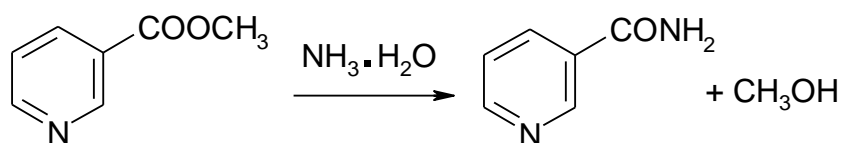
W kolbie okrągłodennej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną (zabezpieczoną rurką z chlorkiem wapniowym), zawieszają się 10g kwasu nikotynowego w 60cm³ metanolu. Następnie, chłodząc kolbę z zewnątrz za pomocą wody lodowej, dodaje się 8 cm³ stężonego kwasu siarkowego. Po dodaniu kwasu wytrąca się biały osad siarczanu kwasu nikotynowego. Zawartość kolby ogrzewa się w łagodnym wrzeniu (kamyczek wrzenny!) przez 5 godzin. Mieszaninę reakcyjną zagęszcza się na wyparce próżniowej w celu usunięcia metanolu i wylewa do 120 g pokruszonego lodu. Następnie ostrożnie alkalizuje się za pomocą 20% roztworu wodorotlenku sodowego do pH ≥ 7 według papierka uniwersalnego (pH powinno być **SŁABO** zasadowe, aby cały powstały ester uległ uwolnieniu z soli i równocześnie nie uległ hydrolizie). W przypadku pojawienia się osadu (siarczan sodu) dodać wody do sklarowania się roztworu. Mieszaninę reakcyjną przenosi się do rozdzielacza i ekstrahuje octanem etylu (3 x 40 cm³). Połączone ekstrakty po wysuszeniu bezwodnym siarczanem magnezowym lub sodowym, po przesączeniu na karbowanym sączku bibułowym, poddaje się zagęszczeniu na rotacyjnej wyparce próżniowej. Oleisty surowy produkt używany jest do otrzymywania amidu kwasu nikotynowego.

UWAGA!

Bezpośrednio po zatężeniu ekstraktów otrzymany ester należy przelać do kolby Erlenmayera, w której będzie przeprowadzana amonoliza. Po schłodzeniu ester krystalizuje!

Właściwości: bezbarwne kryształy o t. t. 37-39°C, t. wrz. 207-209°C lub 97-98°C /20Tr, rozpuszcza się w wodzie, etanolu, eterze, toluenie i ligroinie.

AMID KWASU NIKOTYNOWEGO (amonoliza)



Odczynniki:

Ester metylowy kwasu nikotynowego

Amoniak 25%

Aceton

ilość z poprzedniego etapu

40 cm³

ok.100 cm³

W kolbie stożkowej o pojemności 250 cm³ umieszcza się ester metylowy kwasu nikotynowego w ilości otrzymanej w poprzednim etapie oraz 40 cm³ roztworu 25% amoniaku. Mieszaninę reakcyjną umieszcza się w wytrząsarce na 4 godziny, a następnie zagęszcza na rotacyjnej wyparce próżniowej do całkowitego usunięcia amoniaku i wody. Surowy amid kwasu nikotynowego krystalizuje się z acetonu.

Właściwości: biały, krystaliczny proszek, prawie bez zapachu, o gorzkim smaku, t. t. 120-123°C, łatwo rozpuszczalny w wodzie i etanolu, trudno w eterze.