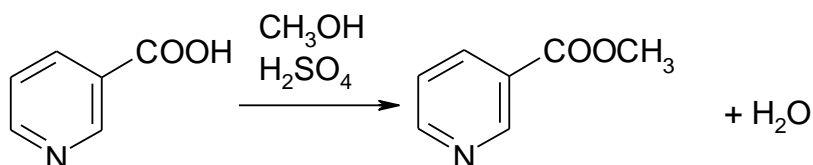


# CHOLAMID

(*N*-hydroksymetylonikotynamid)

## ESTER METYLOWY KWASU NIKOTYNOWEGO

(estryfikacja)



### Odczynniki:

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

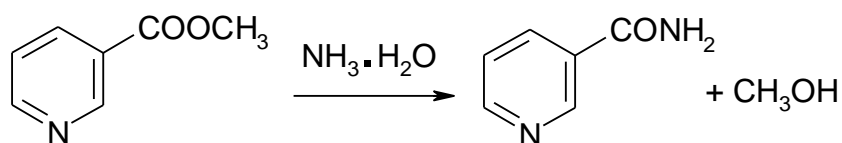
W kolbie okrągłodennej zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną (zabezpieczoną rurką z chlorkiem wapniowym), zawiesza się 10g kwasu nikotynowego w 60cm<sup>3</sup> metanolu. Następnie, chłodząc kolbę z zewnątrz za pomocą wody lodowej, dodaje się 8 cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego. Po dodaniu kwasu wytrąca 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  $\geq 7$  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 cm<sup>3</sup>). 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.S

## AMID KWASU NIKOTYNOWEGO (amonoliza)



### Odczynniki:

Ester metylowy kwasu nikotynowego

Amoniak 25%

Aceton

ilość z poprzedniego etapu

40 cm<sup>3</sup>

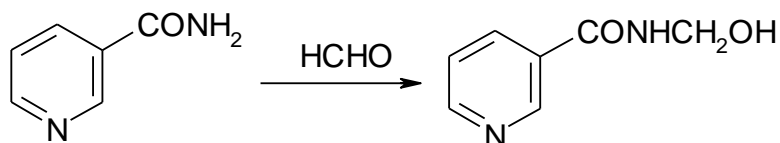
ok.100 cm<sup>3</sup>

W kolbie stożkowej o pojemności 250 cm<sup>3</sup> umieszcza się ester metylowy kwasu nikotynowego w ilości otrzymanej w poprzednim etapie oraz 40 cm<sup>3</sup> 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.

## N-HYDROKSYMETYLOAMID KWASU NIKOTYNOWEGO

(hydroksymetylowanie)



### ODCZYNNIKI:

Amid kwasu nikotynowego	5.0 g
Formalina 37%	4.5 cm <sup>3</sup>
Węglan sodowy bezwodny	0.4 g
Etanol bezwodny do krystalizacji	q.s.

W kolbie okrągłodennej o pojemności 100 cm<sup>3</sup>, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, rozpuszcza się 5.0 g amidu kwasu nikotynowego w 7.5 cm<sup>3</sup> wody, dodaje 4.5 cm<sup>3</sup> 37.0% formaliny oraz 0.4 g węglanu sodowego bezwodnego. Całość ogrzewa się pod chłodnicą zwrotną, w łaźni wodnej w łagodnym wrzeniu przez 1.5 godziny. Następnie mieszaninę reakcyjną zagęszcza się na wyparce próżniowej do połowy objętości. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej kolbę z mieszaniną wkłada się do lodówki lub chłodzi się z zewnątrz lodem, do wydzielenia osadu. Otrzymany osad należy odsączyć i przemyć kilkoma cm<sup>3</sup> zimnej wody oraz wysuszyć na powietrzu. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z bezwodnego etanolu. Wydzielony osad chalamidu odsąca się na lejku Shotta, a przesącz zagęszcza się na wyparce próżniowej do małej objętości i ponownie umieszcza w lodówce, do wytrącenia się II rzutu kryształów. Otrzymany produkt suszymy na powietrzu.

Właściwości: t.t. 138–140 °C, związek łatwo rozpuszcza się w wodzie.