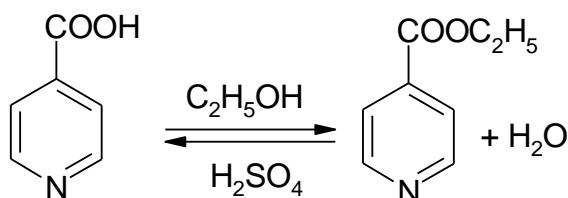


# IZONIAZYD

(hydrazyd kwasu izonikotynowego)

(estryfikacja)

## ESTER ETYLOWY KWASU IZONIKOTYNOWEGO



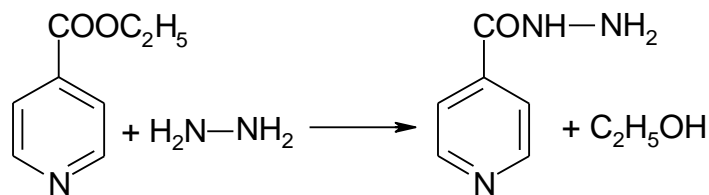
### Odczynniki:

Kwas izonikotynowy	10 g
Kwas siarkowy	10 cm <sup>3</sup>
Etanol bezwodny	75 cm <sup>3</sup>
Roztwór 25% amoniaku	ok. 35cm <sup>3</sup>
Octan etylu	ok. 100cm <sup>3</sup>

W kolbie okrągłodennej o pojemności 250cm<sup>3</sup> zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną zabezpieczoną rurką z chlorkiem wapnia umieszcza się 75cm<sup>3</sup> bezwodnego etanolu. Chłodząc z zewnątrz wodą z lodem wprowadza się 10cm<sup>3</sup> stężonego kwasu siarkowego i dodaje 10 g kwasu izonikotynowego. Zawartość kolby ogrzewa się w łagodnym wrzeniu przez 6 godzin (kamyczki wrzenne!), po czym nadmiar etanolu oddestylowuje się na wyparce próżniowej. Mieszaninę poreakcyjną, chłodząc z zewnątrz lodem, alkalizuje się 25% wodnym roztworem amoniaku do pH ~8. Zawartość kolby przenosi się do rozdzielacza i poddaje ekstrakcji octanem etylu (4 x 25 cm<sup>3</sup>). Połączone ekstrakty suszy się bezwodnym siarczanem sodowym lub magnezowym, następnie sączy przez karbowany sączek bibułowy i po oddestylowaniu rozpuszczalnika pozostałość poddaje się destylacji pod zmniejszonym ciśnieniem z kolby Claisena z nasadką Vigreux, zbierając frakcję wrzącą w temp. 118-119°C (pompka wodna, 25 Tr).

## HYDRAZYD KWASU IZONIKOTYNOWEGO

(hydrazynoliza, aminoliza hydrazyną)



### Odczynniki:

Ester etylowy kwasu izonikotynowego  
Wodzian hydrazyny 60%

ilość z poprzedniego etapu  
q.s.

W kolbie okrągłodennej o pojemności 250cm<sup>3</sup> pod chłodnicą zwrotną ogrzewa się w łagodnym wrzeniu (kamyczki wrzenne!) przez 4 godziny ester etylowy kwasu izonikotynowego, w ilości z poprzedniego etapu, z 60% wodzianem hydrazyny (4,5 cz. obj. wodzianu na 1 cz. wag. estru). Po schłodzeniu do temperatury pokojowej mieszaninę przenosi się do lodówki. Następnego dnia wydzielone kryształy hydrazidu odsącza się na lejku ze szkła spiekanego (Shotta), poddaje krystalizacji z gorącej wody i pozostawia w lodówce do następnego dnia. Wydzielone kryształy odsącza się, a przesącz zagęszcza do połowy pierwotnej objętości i zbiera drugi rzut kryształów. Oczyszczony hydrazyd kwasu izonikotynowego suszy się w eksykatorze próżniowym nad chlorkiem wapniowym.

Właściwości: bezbarwne igły, o gryzącym smaku, łatwo rozpuszczalne w wodzie, trudniej w bezwodnym etanolu, bardzo trudno w chloroformie i eterze. t.t. 168-170°C