CHOLAMID



1. ester etylowy kwasu nikotynowego
2. amid kwasu nikotynowego
3. N-hydroksymetyloamid kwasu nikotynowego

# *Uwaga: do syntezy należy używać wody wodociągowej*

## syntezę prowadzimy z 1/3 porcji

**ESTER ETYLOWY KWASU NIKOTYNOWEGO**

W kolbie pojemności 1l zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną Findenser z rurką z bezw. chlorkiem wapnia, umieszcza się 61,5g rozdrobnionego w moździerzu kwasu nikotynowego i zawiesza w 600ml bezwodnego etanolu. Następnie dodaje się powoli (pod wyciągiem) 30ml stęż. kwasu siarkowego(VI). Zawartość kolby ogrzewa się w łagodnym wrzeniu w ciągu 10 godz. Następnie oddestylowuje się ok. 500ml etanolu na wyparce obrotowej, a pozostałość chłodzi się do temp. 0oC dodając ok. 250g lodu do mieszaniny reakcyjnej i dodatkowo chłodząc z zewnątrz lodem zobojętnia się (bardzo starannie) 40% roztworem węglanu sodu. W wyniku zobojętnienia powstaje emulsja, dlatego całość mieszaniny reakcyjnej należy przesączyć przez sączek karbowany do rozdzielacza i od razu**, jeszcze tego samego dnia**, wykonać ekstrakcję eterem dietylowym (3x250ml). W przypadku trudności z rozdziałem frakcji wodnej od eterowej całość wysolić solą kuchenną (ok. 120g). Wyciągi eterowe suszy się bezwodnym siarczanem(VI) sodu, a po oddestylowaniu rozpuszczalnika na wyparce obrotowej ester destyluje się pod zmniejszonym ciśnieniem, zbierając frakcję wrzącą w temp. 107-108oC (2,27 kPa /17 Tr/ - pompka wodna).

***Właściwości:*** *bezbarwna ciecz o temp. wrz. 223-224oC; rozpuszcza się w wodzie, etanolu, eterze, benzenie, ligroinie*

**AMID KWASU NIKOTYNOWEGO**

W kolbie okrągłodennej z korkiem pojemności 500ml umieszcza się 30g estru etylowego kwasu nikotynowego oraz 300ml 25% amoniaku. Mieszaninę reakcyjną wstrząsa się na wytrząsarce przez 2 godz. Następnie oddestylowuje się na wyparce obrotowej nie- przereagowany amoniak, etanol i wodę. Pozostałość rozpuszcza się w 50ml bezwodnego etanolu i dodaje równą ilość bezwodnego eteru etylowego, po czym wstawia się do lodówki. Wydzielony amid odsącza się na lejku ze szkła spiekanego, przemywa eterem dietylowym (2x20ml) i suszy w temperaturze pokojowej w eksykatorze nad bezwodnym chlorkiem wapnia. Uzyskany surowy produkt o temp. topn. 120-123oCmoże być użyty do ostatniego etapu syntezy.

***Właściwości****: temp. topn. czystego związku 129-130oC. (krystalizacja z benzenu); biały krystaliczny proszek prawie bez zapachu, łatwo rozpuszcza się w wodzie i etanolu, trudno w eterze*

**N - HYDROKSYMETYLOAMID KWASU NIKOTYNOWEGO**

W kolbie pojemności 100ml, zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną, rozpuszcza się 11g amidu kwasu nikotynowego w 35ml wody, dodaje 9ml 37% formaliny oraz 0,9g bezwodnego węglanu sodu. Całość ogrzewa się na łaźni wodnej (parownica umieszczona na płaszczu grzejnym) w łagodnym wrzeniu przez 1,5 godz. Następnego dnia odsącza się wydzielony osad, przemywa kilkoma ml zimnej wody. Surowy produkt oczyszcza się przez krystalizację z etanolu.

***Właściwości****: temp. topn. 145-148oC; związek rozpuszczalny w wodzie*