WITAMINA PP



1. kwas nikotynowy
2. ester etylowy kwasu nikotynowego
3. amid kwasu nikotynowego

# Uwaga: do syntezy należy używać wody wodociągowej

***syntezę prowadzimy z 1/3 porcji***

**KWAS NIKOTYNOWY**

W kolbie trójszyjnej pojemności 2l zaopatrzonej w mieszadło mechaniczne, chłodnicę zwrotną i termometr, umieszcza się 90g β-pikoliny (d=0.96 g/cm3). Następnie dodaje się 900ml wody i mieszając, ogrzewa się na płaszczu grzejnym do temp. 70oC. Do zawartości kolby wprowadza się porcjami 410g nadmanganianu potasowego. W toku dodawania nadmanganianu temperatura podnosi się powoli do 90oC jednak najlepiej utrzymywać ją pomiędzy 75 a 85oC. Po dodaniu ostatniej porcji KMnO4 całość ogrzewa się jeszcze przez godzinę, a następnie mieszaninę poreakcyjną sączy się na gorąco przez lejek ze spiekiem pod zmniejszonym ciśnieniem. Pozostały na lejku osad tlenku manganu (IV) przemywa się gorącą wodą (4 x 400ml). Zebrany przesącz zagęszcza się na wyparce obrotowej do objętości ok. 1100ml i doprowadza stęż. kwasem solnym do pH 3,5. Na kolejnych ćwiczeniach odsącza się wydzielony osad kwasu nikotynowego i przemywa zimną wodą (3 x 40ml). Osad suszy się w temp. pokojowej lub w suszarce w temp. 100oC. W celu oczyszczenia otrzymany surowy kwasu krystalizuje z wody.

**Uwaga:** sącząc, podczas krystalizacji, korzystamy z płaszcza grzejnego do sączenia na gorąco

***Właściwości:*** *temp. topn. 235oC*

**ESTER ETYLOWY KWASU NIKOTYNOWEGO**

W kolbie poj. 1l zaopatrzonej w chłodnicę zwrotną Findenser z rurką z bezw. chlorkiem wapniowym, umieszcza się 61,5g rozdrobnionego w moździerzu kwasu nikotynowego i zawiesza w 600ml bezwodnego etanolu. Następnie dodaje się powoli, pod wyciągiem z wkraplacza, 30ml stęż. kwasu siarkowego(VI). Po dodaniu kwasu wytrąca się biały osad siarczanu kwasu nikotynowego. Zawartość kolby ogrzewa się w łagodnym wrzeniu w ciągu 10 godz. Następnie oddestylowuje się ok. 500ml etanolu na wyparce obrotowej. Pozostałość chłodzi się w łaźni lodowej do temp. 0oC i dodatkowo dodając do mieszaniny reakcyjnej ok. 250g lodu. Następnie zobojętnia się (bardzo starannie) 40% roztworem węglanu sodowego. 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 należy wysolić solą kuchenną (ok. 120g). Wyciągi eterowe suszy się bezwodnym siarczanem(VI) sodowym, a po usunięciu 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 0,5l 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 dietylowego, 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, uzyskując surowy produkt o temp. topn. 120-123oC.

***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*